

**Reaktionskinetische Analyse
der bestrahlungsstimulierten Diffusion
in einer übersättigten Ni-Be-Legierung**

Hermann Bißwanger

1973



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41553807_0042

DISSERTATIONS- UND FOTODRUCK FRANK oHG
8 München 2, Gabelsbergerstraße 15, Tel. 2 8 0 9 0 9 0

Reaktionskinetische Analyse
der bestrahlungsstimulierten Diffusion
in einer übersättigten Ni-Be-Legierung

Inaugural-Dissertation
zur Erlangung des Doktorgrades
der Fakultät für Physik
der Ludwig-Maximilians-Universität
München

vorgelegt von
Hermann Biswanger
15. Juni 1973



1. Berichterstatter: Prof. Dr. R. Sizmann

2. Berichterstatter: Prof. Dr. K. Stierstadt

Tag der mündlichen Prüfung: 26. Juli 1973

ZUSAMMENFASSUNG

5 μm dünne Folien einer übersättigten Ni-14.3 Atom-% Be-Legierung wurden mit 2.5-MeV-Elektronen bei Temperaturen zwischen 120 und 200°C und Stromdichten zwischen 50 und 200 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ bestrahlt.

Durch die so über mobile Frenkeldefekte ermöglichte Diffusion entmischte sich die Legierung. Anhand der Änderung der Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung $M(T)$ der ferromagnetischen Proben wurde das Ausmaß der Entmischung verfolgt.

Die detaillierte Auswertung der $M(T)$ -Kurven lieferte für jeden untersuchten Probenzustand die Volumen-Verteilungsfunktion $dV(c)/dc$ des Be-Konzentrationspektrums über das Probenvolumen.

Durch Variation der Bestrahlungsparameter Stromdichte und Temperatur liess sich damit die Ausscheidungskinetik in verschiedenen Konzentrationsbereichen getrennt untersuchen. Die Ergebnisse zeigen, dass die zugrundeliegende Geometrie der Ausscheidungsflächen annähernd den Oberflächen von Kuben entspricht, die einen charakteristischen Durchmesser von ca. 2000 Å aufweisen. Die Zuordnung verschiedener Konzentrationsbereiche zu unterschiedlichen Abständen von diesen Ausscheidungsflächen ermöglichte einen Vergleich der bezüglich der Kinetik erhaltenen Ergebnisse mit Modellrechnungen für das Verhalten der bei Bestrahlung erzeugten Punktdefekte.

Es ergab sich für alle Konzentrationsbereiche oberhalb 140°C eine lineare Abhängigkeit der Diffusion von der Flussdichte, verbunden mit einer weitgehenden Temperaturunabhängigkeit der Ausscheidungsgeschwindigkeit.

Aus diesen Ergebnissen ist zu folgern, dass neben den Zwischengitteratomen auch die weniger mobilen Leerstellen vornehmlich durch Diffusion zu den Senkenflächen hin abgebaut werden. Nur bei Temperaturen unter 140°C steigen wegen der geringeren Beweglichkeit der Punktdefekte ihre Konzentrationen so stark

an, dass auch die gegenseitige Rekombination Bedeutung gewinnt. Dieses Verhalten erfordert einen effektiven Diffusionskoeffizienten D_V für Leerstellenwanderung in Ni-Be von ca. $2 \cdot 10^{-12} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$ bei 120°C . Dem entspricht (für ein $D_{VO}=0.2 \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$) eine Aktivierungsenthalpie

$$H_V^m = 0.86 \text{ eV.}$$

Mit dieser Interpretation lässt sich sowohl die typische Änderung der Verteilungsfunktion während Bestrahlung als auch ihre Abbildbarkeit bei verschiedenen Bestrahlungsbedingungen erklären.

Die hier aufgeführten Aussagen stellen die erste detaillierte kinetische Analyse einer bestrahlungsstimulierten Ausscheidung in einer übersättigten Legierung dar.

INHALTSVERZEICHNIS

	Seite
1. Einleitung	1
2. Messverfahren	5
2.1. Ausgangsmaterial	5
2.2. Magnetische Eigenschaften des Probenmaterials	8
2.3. Messung der Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung	12
2.4. Messapparatur	16
2.4.1. Prinzipieller Aufbau	16
2.4.2. Feldfrequenz und Signalgrösse	20
2.4.3. Spannungsmessgerät	21
2.4.4. Feldspule und Induktionsspulen	22
2.4.5. Probenträger	25
2.4.6. Heizgebläse	27
2.4.7. Eichung der Apparatur und Messvorgang	29
3. Defekterzeugung durch Bestrahlung	33
3.1. Wirkung schneller Elektronen beim Durchtritt durch Materie	33
3.2. Konzeption der Bestrahlungsapparatur	39
3.3. Ausführung der Bestrahlungsapparatur	42
3.3.1. Beschleuniger	42
3.3.2. Austrittsfenster mit Strahlblende	43
3.3.3. Probenhalter	44
3.3.4. Windkanal und Strahlauffänger	46
3.3.5. Funktionskontrolle der Bestrahlungsapparatur	48
3.4. Bestrahlungsprogramm	50
4. Auswertung	52
4.1. Messergebnisse	52
4.2. Grundlagen der magnetischen Analyse	53
4.3. Praktische Ausführung der magnetischen Analyse	54
4.3.1. Aufstellen eines linearen Gleichungssystems	54
4.3.2. Gewinnung der Koeffizienten der Gleichungs- matrix	57

4.3.3. Gewinnung der Koeffizienten der rechten Seite	58
4.3.4. Lösung durch ein Computer-Programm	59
4.4. Ergebnisse der magnetischen Analyse	60
5. Diskussion	63
5.1. Thermische Ausscheidungskurve	63
5.2. Defektaufbau während Bestrahlung	69
5.2.1. Vorwiegende Rekombination	69
5.2.2. Rekombination und Diffusion	71
5.2.3. Vorwiegende Diffusion	75
5.3. Differentielle Untersuchung des Probenverhaltens	77
6. Anhang	
6.1. Messkurven	
6.2. Computerprogramm	
6.3. Verteilungskurven	

1. EINLEITUNG

Bekanntlich erfordert der Materietransport in einem Festkörper das Vorhandensein von Gitterfehlstellen, und zwar in erster Linie von Punktdefekten, also Leerstellen und/oder Zwischengitteratomen. Ein Atom kann dann seinen Gitterplatz dadurch verlassen, dass es entweder in eine benachbarte Leerstelle springt oder sich auf eine Zwischengitterposition begibt bzw. seinen Platz mit dem eines bereits in der Nähe befindlichen Zwischengitteratoms tauscht. Die Aufeinanderfolge dieser Elementarprozesse kann als Diffusion zu beliebig weiten Transportlängen führen. Dabei ist klar, dass die Grösse des Diffusionskoeffizienten D von der Konzentration und der Beweglichkeit der wirksamen Defektarten bestimmt wird. Es gilt

$$(1) \quad D = a^2 \nu_v f_v + a^2 \nu_i f_i$$

mit den folgenden Bedeutungen (die Indizes v und i bezeichnen durchweg leerstellen- bzw. zwischengitteratomspezifische Grössen):

a ist die Sprungweite des Atoms; sie stimmt in einem Kristallgitter mit der Gitterkonstanten in Sprungrichtung überein.

ν_v, ν_i sind die Sprungfrequenzen der Defekte; sie sind gegeben durch

$$(2) \quad \nu_v = \nu_{ov} \exp(S_v^m/k) \exp(-H_v^m/kT) \text{ bzw.}$$

$$(2') \quad \nu_i = \nu_{oi} \exp(S_i^m/k) \exp(-H_i^m/kT)$$

mit ν_{ov}, ν_{oi} = Atomschwingungsfrequenz auf Gitter- bzw. Zwischengitterposition ($\approx 10^{13} \dots 10^{14} \text{ s}^{-1}$),

S_v^m, S_i^m = Wanderungsentropie der Defekte ($\approx 1 \text{ k} \dots 2 \text{ k}$),

H_v^m, H_i^m = Aktivierungsenthalpie für Defektdiffusion ($\approx 1 \text{ eV}$),

kT = mittlere thermische Energie der Atome (eV).

$v, 1$ sind die Defektkonzentrationen pro Atom.

f_v, f_1 sind Korrelationsfaktoren, die die Verbindung zwischen atomarer und Defektdiffusion herstellen. Bei reinen Metallen (Selbstdiffusion) haben beide Grössen etwa den Wert 1.

Die Defektkonzentrationen können verschiedene Ursachen haben:

I. Die Bedingung für das thermische Gleichgewicht, nämlich minimale freie Enthalpie, führt auf temperaturabhängige Defekt-Gleichgewichtskonzentrationen /1,2,3/

$$(3) \quad c = \exp(S^f/k) \exp(-H^f/kT).$$

S^f ist die mit der Defekterzeugung verbundene Entropieänderung des Gitters ($\approx 1k \dots 2k$), H^f ist die Bildungsenthalpie pro Defekt (eV).

Die Bildungsenthalpie einer Leerstelle beträgt in Metallen ca. 1 eV, so dass sich am Schmelzpunkt eine Leerstellenkonzentration von etwa 10^{-4} einstellt. Demgegenüber ist die im thermischen Gleichgewicht befindliche Zwischengitteratomkonzentration wegen der Bildungsenthalpie von 3 bis 5 eV auch am Schmelzpunkt vernachlässigbar gering /4,5,6/.

Aus der Tatsache, dass im thermischen Gleichgewicht stets Leerstellen vorhanden sind, folgt in Verbindung mit ihrer temperaturabhängigen Beweglichkeit, dass in jedem Festkörper (insbesondere Metall) eine Atomdiffusion über einen Leerstellenmechanismus stattfindet, die sich mit Hilfe eines Diffusionskoeffizienten beschreiben lässt:

$$(4) \quad D = a^2 \nu_{ov} \exp(S_v^m/k) \exp(-H_v^m/kT) \exp(S_v^f/k) \exp(-H_v^f/kT) f_v$$

Ein Vergleich mit der Arrhenius-Darstellung

$$(5) \quad D = D_0 \exp(-Q/kT)$$

ergibt für den präexponentiellen Faktor (Frequenzfaktor)

$$(6) \quad D_0 = a^2 \gamma_{OV} \exp(S_V^m/k + S_V^f/k) f_V \quad (\text{cm}^2 \text{ s}^{-1})$$

und für die Aktivierungsenthalpie für Selbstdiffusion

$$(7) \quad Q = H_V^m + H_V^f \quad (\text{eV})$$

II. Durch Bestrahlen des Festkörpers mit schnellen geladenen (p^+ , e^-) bzw. ungeladenen (n) Teilchen oder energiereicher (Röntgen-, γ -) Strahlung werden auf einzelne Gitteratome Energiebeträge übertragen, die ausreichen, um diese Atome zu verlagern. Im einfachsten Fall werden dabei Frenkeldefekte erzeugt, die aus je einem Zwischengitteratom und einer Leerstelle bestehen. Durch hohe Bestrahlungsdosen lassen sich auf diese Weise bei tiefen Temperaturen Defektkonzentrationen erzielen, die weit oberhalb der Gleichgewichtswerte liegen. Sie ergeben sich aus dem Zusammenspiel einer Defekt-Produktionsrate einerseits und konzentrationsabhängigen Abbaumechanismen andererseits. Als solche kommen in Frage:

- a) die Rekombination eines Zwischengitteratoms mit einer Leerstelle;
- b) die Ausheilung der Defekte an festen Senken.

Während man die Rekombination wie eine "chemische" Reaktion zweiter Ordnung behandeln kann, verhält sich die diffusionsbestimmte Defektausheilung an unerschöpflichen Senken wie das Äquivalent zu einer Reaktion erster Ordnung /7/. Diese Verschiedenheit in der Kinetik lässt eine unterschiedliche Abhängigkeit der sich einstellenden Defektkonzentrationen und des damit verbundenen strahlungsverstärkten Diffusionskoeffizienten von äusseren Bestrahlungsparametern wie Teilchenflussdichte und Temperatur erwarten. Die Variation dieser Parameter bietet somit grundsätzlich die Möglichkeit, den jeweils wirksamen Abbaumechanismus zu ermitteln. Es ist dabei aller-

dings zu berücksichtigen, dass in einem bestrahlten Festkörper, in dem flächenhafte Senken (z.B. Korngrenzen) mit Gebieten ungestörter Struktur abwechseln, beide Prozesse nebeneinander vorliegen können. Gelingt es nun, die räumliche Verteilung ihrer relativen Gewichte zu bestimmen, so hat man damit eine Möglichkeit in der Hand, um detaillierte Aussagen über die Geometrie des Materialgefüges, die dem Aufbau der Defektkonzentrationen zugrundeliegt, zu erhalten sowie das Verständnis der Wechselwirkung Festkörper-Punktdefekt zu vertiefen. Das setzt ein Messverfahren voraus, das die getrennte Untersuchung der Kinetik in verschiedenen Bereichen der Probe gestattet.

Auch bei den in /8/ durchgeführten Experimenten, die die Entmischung einer übersättigten, ferromagnetischen Legierung über bestahlungsverstärkte Diffusion zum Gegenstand hatten, dürfte ein lokal unterschiedliches Diffusionsverhalten vorgelegen haben. Darauf deutet u.a. die neben der Verschiebung des Curiepunkts beobachtete Änderung im gesamten Temperaturverlauf der Magnetisierung hin. Ziel der vorliegenden Arbeit ist es zu prüfen, ob durch geeignete Analyse der Magnetisierungstemperatur-Kurve des verwendeten Legierungssystems Ni-Be ein Messverfahren erhalten werden kann, das die isolierte Beobachtung des Diffusionsverhaltens in verschiedenen Probenbereichen gestattet, sowie ggf. erste Ergebnisse vorzulegen.

2. MESSVERFAHREN

2.1. Ausgangsmaterial

Bei der binären Legierung Ni-Be handelt es sich um einen Substitutionsmischkristall, d.h. beide Atomarten nehmen Gitterplätze in der kubisch flächenzentrierten Grundmatrix von Nickel ein. Die Atomdurchmesser (bestimmt aus den Abständen grösster Annäherung im Kristall) betragen $2.49 \text{ \AA}$ für Nickel (fcc-Gitter mit $a = 3.517 \text{ \AA}$) und $2.22 \text{ \AA}$ für Beryllium (hcp-Gitter mit $a = 2.281 \text{ \AA}$ und $c = 3.577 \text{ \AA}$). Ihr Unterschied von rd. 11 % hat nicht nur zur Folge, dass der Gitterparameter der Legierung mit wachsendem Be-Gehalt abnimmt, sondern ist auch Ursache für die beschränkte Löslichkeit in der festen Phase (Regel von Hume-Rothery /9/). Es existieren zwei kongruent (d.h. ohne vorherige Zersetzung) schmelzende Verbindungen, die sich wie reine Komponenten verhalten, nämlich BeNi und $\text{Be}_{21}\text{Ni}_5$ /10/. Dadurch wird das Phasendiagramm in drei ähnlich strukturierte Abschnitte aufgeteilt, welche die drei eutektischen Legierungen Ni-BeNi, BeNi- $\text{Be}_{21}\text{Ni}_5$ und $\text{Be}_{21}\text{Ni}_5$ -Be beschreiben (Abb. 1 nach /10/).

Die hier verwendete Legierung hat die Zusammensetzung Ni-14.3 Atom-% Be, so dass in erster Linie die Ni-reiche Hälfte des Phasendiagramms interessiert. Sie zeigt u.a. eine maximale Löslichkeit des Be in Ni von 15,3 % bei der eutektischen Temperatur 1157°C . Bei Raumtemperatur beträgt die Löslichkeit weniger als 2 %.

Schon vor Beginn dieser Arbeit wurden am genannten Legierungssystem von verschiedenen Experimentatoren Diffusionsuntersuchungen durchgeführt: Kernohan, Billington und Lewis berichteten 1956 von einem Experiment, bei dem sich eine übersättigte Ni-2.5 Gewichts-% (14.3 Atom-%) Be-Legierung durch einmonatigen Beschuss mit schnellen Neutronen bei 300°C teilweise entmischte /11/. Zur Herstellung des Targetmaterials

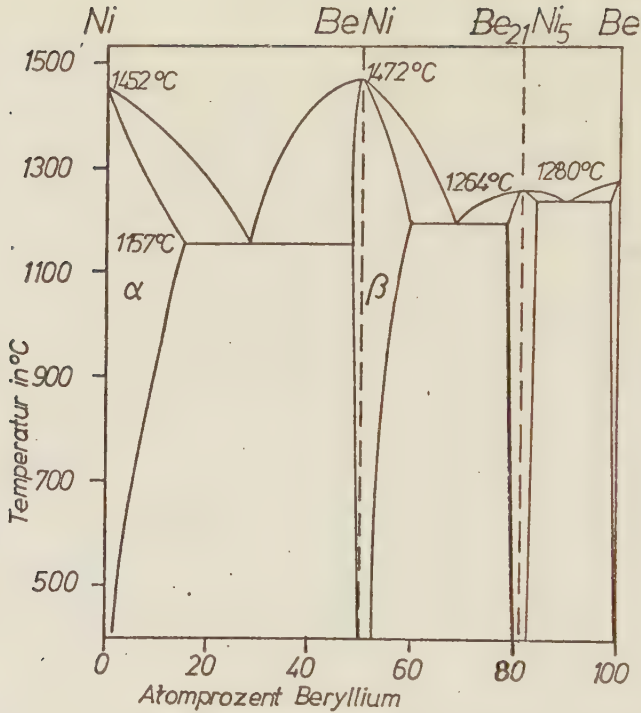


Abb. 1: Phasendiagramm von Ni-Be (nach /10/)

wurden entsprechende Mengen Nickel und Beryllium hoher Reinheit im Vakuum erschmolzen (wobei sich Be unter exothermer Reaktion schnell auflöst /12/), warm und kalt bearbeitet und schliesslich nach eineinhalbständigem Glühen unter trockener Argon-Atmosphäre bei 1120°C in kaltem Wasser abgeschreckt. Die spektrographische Analyse ergab einen Verunreinigungsgrad von weniger als 0.1 %.

Baumgärtner und Sizmann bestimmten am gleichen System die Aktivierungsenthalpie des Entmischungsvorgangs /13/. Dazu stellte ihnen Herr Kernohan ein Stück der von ihm hergestellten Legierung in Form eines Blechstreifens zur Verfügung. Dieser wurde mit Zwischenglühungen bei 1100 °C im Va-

kuum auf 5 μm Dicke ausgewalzt und abschliessend noch einmal geglüht.

Keller verwendete für seine Experimente zur strahlungsverstärkten Diffusion mit α -Teilchen dasselbe Probenmaterial /14/. Hierfür war die geringe Foliendicke wichtig, da die Reichweite der α -Teilchen in Nickel nur wenig mehr als 5 μm beträgt. Auch für die vorliegende Arbeit konnte auf das schon von Baumgärtner und Keller verwendete Ausgangsmaterial zurückgegriffen werden. Dabei war wegen der hohen Aktivierungsenthalpie der Entmischung gewährleistet, dass auch bei langer Aufbewahrungszeit bei Raumtemperatur keine Aenderung der Probeneigenschaften eintritt.

Die mittlere Dicke der zur Verfügung stehenden Ni-Be-Folie wurde aus einem 33.88 cm^2 grossen, 0.14561 g schweren Stück unter Zugrundelegung einer Dichte von 8.1 g/cm^3 /15/ zu 5.3 μm bestimmt.

In Abb. 2 ist anhand des Phasendiagramms schematisch der Herstellungsprozess der Probe dargestellt und der erreichte Zustand durch ein x gekennzeichnet. Durch den Abschreckvorgang wurde eine Be-Konzentration eingefroren, die nur oberhalb 1120 $^{\circ}\text{C}$ im thermischen Gleichgewicht ist (Übersättigung). Das vorliegende System ist demzufolge metastabil, d.h. es hat die Tendenz, sich in die beiden stabilen Mischkristalle α (Ni-reich) und β (BeNi-reich) aufzuspalten. Dazu ist es jedoch notwendig, den bei Raumtemperatur verschwindend kleinen Diffusionskoeffizienten erheblich zu vergrössern (durch Anheben der Temperatur, Kaltverformung oder Bestrahlung). Nach dem vollständigen Ablauf der Entmischung verhalten sich die Mengen der entstandenen α - und β - Mischkristalle umgekehrt wie die Längen der Pfeile von x aus zu den jeweiligen Gleichgewichtskurven (Hebelbeziehung, /16/).

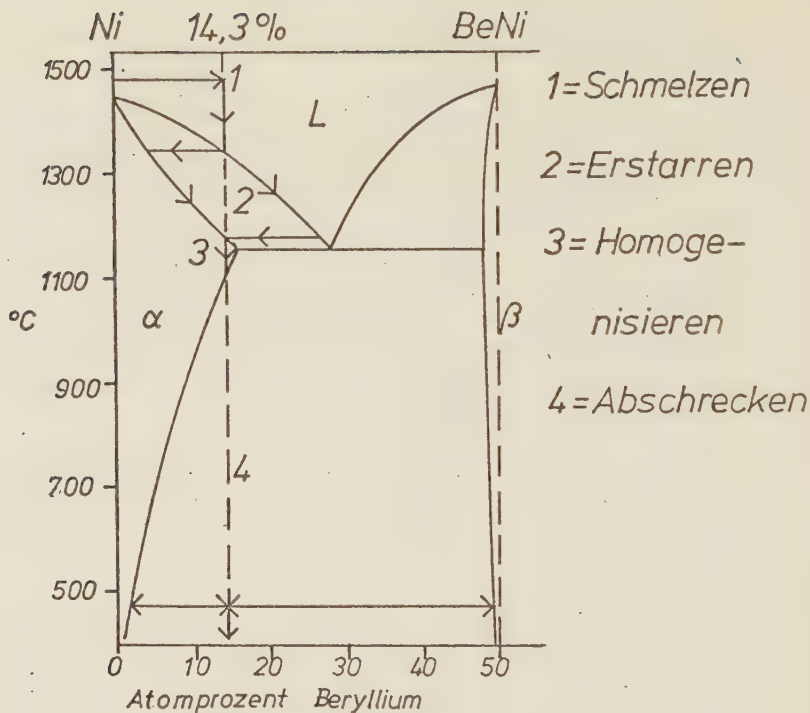


Abb. 2 : Herstellungsgang des Probenmaterials

2.2 Magnetische Eigenschaften des Probenmaterials

Die Legierung Ni-Be ist bis zu einem Be-Gehalt von 15.3 % ferromagnetisch /17/. Für die vorgesehenen Untersuchungen ist sie vor allem aus zwei Gründen besonders geeignet:

- Die magnetischen Eigenschaften hängen eng mit den Konzentrationsverhältnissen zusammen; damit hat man eine empfindliche Messgrösse für Konzentrationsverschiebungen in der Hand.
- Der Curiepunkt liegt nur wenig oberhalb Raumtemperatur; man kann deshalb Magnetisierungsmessungen bis in diesen Bereich hinein ausführen, ohne befürchten zu müssen, dadurch den Probenzustand zu ändern.

Bevor auf die magnetischen Eigenschaften näher eingegangen wird, bringt die folgende Tabelle eine kurze Zusammenstellung der benutzten magnetischen Grössen im MKSA-System:

Bezeichnung	Symbol	Einheit	Definition
Magnetisierung	$\underline{M}$	A/m	
magn. Moment	$\underline{\mu}$	Am^2	$\underline{\mu} = \underline{M} \cdot V$
spez.magn.Moment	$\underline{\sigma}$	Am^2/kg	$\underline{\sigma} = \underline{\mu}/m = \underline{M}/\rho$
magn.Feldstärke	$\underline{H}$	A/m	
magn.Feldkonstante	μ_0	Vs/Am	$\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7} \text{Vs}/\text{Am}$
Induktion	$\underline{B}$	Vs/m^2 (Tesla, T)	$\underline{B} = \mu_0 \underline{H} + \mu_0 \underline{M}$
magn. Fluss	$\oint$	Vs (Weber, Wb)	$\oint = \underline{B} \cdot \underline{F}$
seltener magn.Polarisation	$\underline{J}$	Vs/m^2	$\underline{J} = \mu_0 \underline{M}$

m = Masse, V = Volumen, ρ = Dichte, $\underline{F}$ = Fläche

Im Gaußschen Maßsystem, in dem auch heute noch die meisten Zahlenangaben für magnetische Größen erfolgen, lautet die Gleichung für die Induktion:

$$\underline{B} = \underline{H} + 4\pi \underline{I} .$$

Die Umrechnungsbeziehungen sind für die

Induktion $\underline{B}$:	1 Gauss (G) = 10^{-4} Tesla (T)
magn. Feldstärke $\underline{H}$:	1 Oerstedt (Oe) = $10^3/4\pi$ A/m
Magnetisierung $\underline{I}$:	1 cgs-Einheit = 10^3 A/m

Reines Nickel hat die magnetischen Kenngrößen /18,19/:

spez. magn. Moment bei 0 K : $\sigma_0 = 57.60 \text{ Am}^2/\text{kg}$

(ferromagn.) Curietemperatur : $T_c = 358^\circ \text{C} = 631 \text{ K}$.

Daraus lassen sich mit den für Nickel gültigen Zahlenwerten

Dichte $\rho = 8.90 \text{ g}/\text{cm}^3$ und atomare Masse $A = 58.8 \text{ g}/\text{mol}$

sowie mit Loschmidt-Zahl $L = 6.02 \cdot 10^{23} \text{ 1}/\text{mol}$

und Bohrsches Magneton $\mu_B = 9.273 \cdot 10^{-24} \text{ Am}^2$

folgende Größen bestimmen:

Magnetisierung bei 0 K: $M_0 = 50 \cdot g = 512.64 \cdot 10^3 \text{ A/m}$

Zahl s der Bohrschen Magnetonen pro Nickelatom:

$$s = M_0 A / (g \cdot L \cdot \mu_B) = 0.606 .$$

Die Grössen M_0 und T_c ändern sich beim Übergang vom reinen Element zu einer Legierung. Bei Nickel gilt für eine Reihe von Leganden eine lineare Abnahme der Grössen mit steigender Konzentration. Dabei ergibt sich für das magnetische Moment die Regel, dass seine Reduktion pro gelöstem Fremdatom - ausgedrückt in Bohrschen Magnetonen - ziemlich genau gleich der Zahl der Valenzelektronen dieses Atoms ist (Abb. 3).

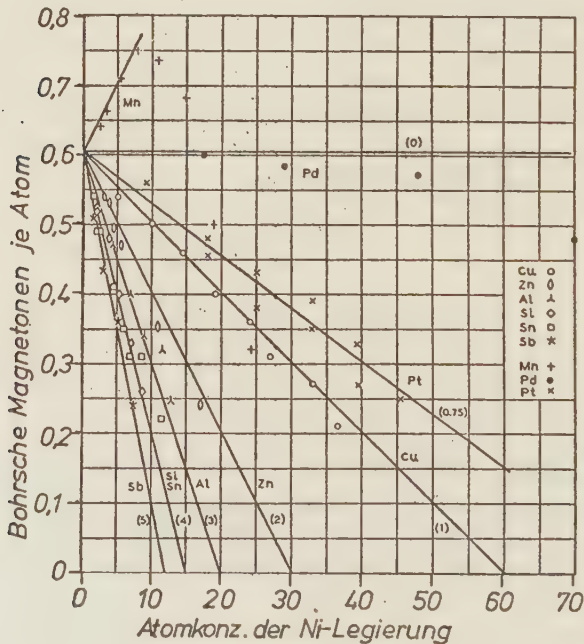


Abb. 3: Magnetisches Moment pro Atom in verschiedenen Nickellegierungen (aus /19/).

Ein Atom eines einwertigen Elements verringert demnach das magnetische Moment um ein Bohrsches Magneton μ_B ; weil jedes Nickelatom aber einen mittleren Beitrag von $0.6 \mu_B$ zum Gesamtmoment leistet, verschwindet die Magnetisierung und die Curietemperatur sinkt auf 0 K (Abb. 4) durch Zusatz von 60 % eines einwertigen Elements (z.B. Cu), entsprechend bei Zusatz von 30 % eines zweiwertigen Elements (z.B. Be), 20 % eines dreiwertigen Elements (z.B. Al) usw. /19/.

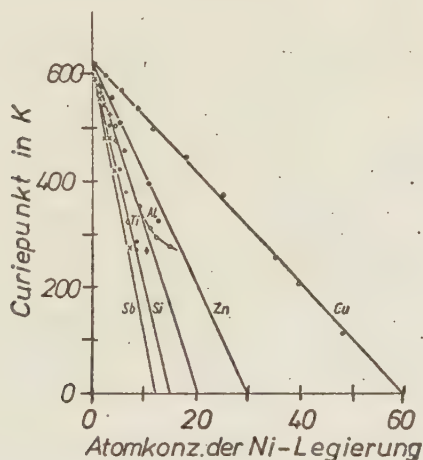


Abb. 4 : Curietemperatur verschiedener Nickellegierungen als Funktion der Zusammensetzung (aus /19/).

Dieser Sachverhalt wird für das Legierungssystem Ni-Be durch Messungen von Gerlach /17/ bestätigt. Es wurden, ausgehend von reinem Nickel, für eine Reihe von Be-Konzentrationen die absolute Sättigung und der Curiepunkt bestimmt und eine lineare Abnahme mit steigender Konzentration festgestellt (Abb. 5). Die Reihe bricht bei ca. 15 % Be-Gehalt ab, weil hier die Löslichkeitsgrenze bei der Schmelztemperatur des Eutektikums erreicht wird. Die Extra-

polationen der Geraden $M_0(c_{\text{Be}})$ und $T_c(c_{\text{Be}})$ auf jeweils die Werte 0 schneiden die Konzentrationsachse bei 30.0 % bzw. 28.7 % Be entsprechend der oben wiedergegebenen Regel.

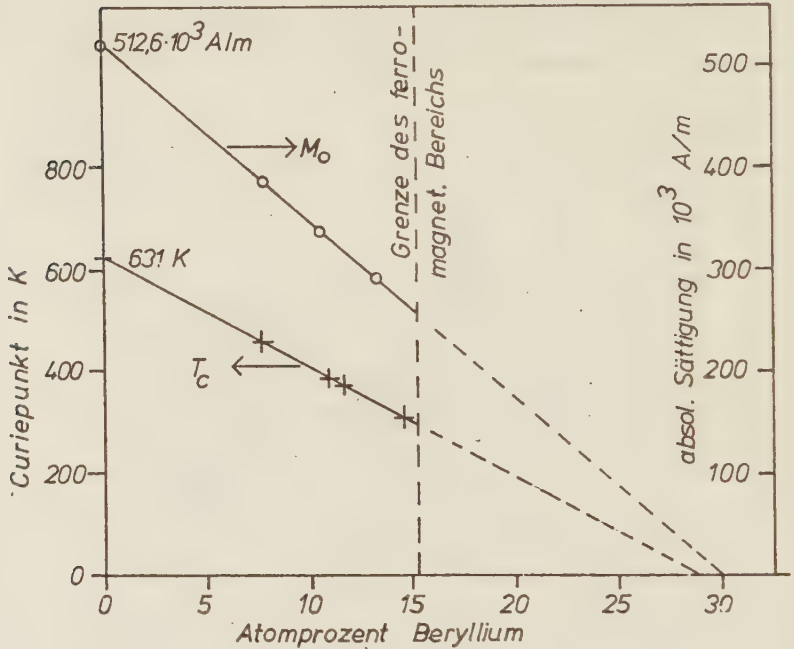


Abb. 5 : Abhängigkeit der absoluten Sättigung und der Curietemperatur in Ni-Be vom Be-Gehalt

2.3 Messung der Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung

Damit erscheinen die beiden konzentrationsabhängigen magnetischen Größen absolute Sättigung und Curietemperatur geeignet, den Legierungszustand festzustellen. Allerdings beschreiben sie die jeweilige Zusammensetzung des Stoffsystems

nur dann eindeutig, wenn die ferromagnetische Phase homogen ist. Bei Vorliegen einer Konzentrationsverteilung liefern die Messungen nur effektive Werte für M_0 und T_c und lassen damit lediglich auf eine mittlere Konzentration im gerade untersuchten Entmischungszustand schliessen. Da wir aber mit der Ausbildung von Diffusionszonen und als Konsequenz mit Konzentrationsverteilungen rechnen müssen, wäre eine Messung ausschliesslich dieser Grössen wenig aussagekräftig.

Die Abhängigkeit des Curiepunkts von der Konzentration hat zur Folge, dass das Temperaturverhalten der Sättigungsmagnetisierung verschiedener Konzentrationen in einem vorgegebenen Temperaturintervall unterschiedlich sein wird. Weil sich der Temperaturgang der Magnetisierung einer Probe, die endliche Konzentrationsbereiche enthält, aus der Überlagerung dieser unterschiedlichen Abhängigkeiten ergibt, ist zu erwarten, dass der Verlauf der $M(T)$ -Kurven Rückschlüsse - möglicherweise quantitativer Art - auf die zugrundeliegende Konzentrationsverteilung zulässt. Aus diesem Grund wurde als primäre Messgrösse die Temperaturabhängigkeit der Magnetisierung gewählt.

Zur Entwicklung eines geeigneten Messverfahrens sind zunächst einige grundsätzliche Überlegungen erforderlich.

Unter spontaner Magnetisierung $M_s(T)$ eines Kristallbereichs versteht man diejenige Magnetisierung im Feld $H=0$, die bei der Temperatur T infolge der konkurrierenden Wirkungen des Weiss'schen Molekularfeldes und der Temperaturbewegung im thermischen Gleichgewicht vorliegt. Am absoluten Nullpunkt hat sie wegen der vollständigen Ausrichtung aller Spinmomente ihren grössten Wert $M_s(0) = M_0$. Er lässt sich bei jeder anderen Temperatur durch Anlegen eines ausreichend hohen (im Grenzfall unendlich grossen) äusseren Magnetfeldes als oberer Grenzwert der Magnetisierung erreichen, d.h. es gilt

$$M_{H \rightarrow \infty}(T) := M_{\infty} = M_0 = \text{absolute Sättigung.}$$

Für das Temperaturverhalten der spontanen Magnetisierung (im Feld $H = 0$) gilt

$$(8) \quad M_S(T)/M_0 = B_J \left(\frac{3J}{J+1} \cdot \frac{M_S(T)/M_0}{T/T_0} \right).$$

Dabei bedeutet B_J die zur Quantenzahl J gehörige Brillouin-Funktion

$$(9) \quad B_J(x) = \frac{2J+1}{2J} \operatorname{ctgh} \left(\frac{2J+1}{2J} x \right) - \frac{1}{2J} \operatorname{ctgh} \left(\frac{1}{2J} x \right).$$

Die Gleichung (8) sagt aus, dass der Verlauf von $M_S(T)/M_0$ (d.h. also die reduzierte Magnetisierungskurve oder Normal-kurve) als Funktion des Verhältnisses T/T_0 für alle Stoffe mit gleicher Quantenzahl J derselbe ist.

Die Magnetisierungskurve von Nickel wird (ebenso wie diejenige von Eisen und Kobalt) am besten durch den Wert $J = \frac{1}{2}$ den experimentellen Daten (z.B. /20/) angepasst. Bei tiefen Temperaturen (bis ca. $0.25 T_0$) treten grössere Abweichungen auf; sie haben ihre Ursache in den Spinwellen. Eine Theorie von Bloch liefert für die Magnetisierung in diesem Bereich den Ausdruck

$$(10) \quad M_S(T)/M_0 = 1 - C \cdot T^{3/2},$$

wobei der Wert $C = 0.11 / T_0$ für Nickel zu einer sehr guten Übereinstimmung mit den Messwerten führt.

Eine direkte Messung der spontanen Magnetisierung im Feld $H = 0$ ist nicht möglich, weil wegen der praktisch immer vorhandenen Anisotropiekräfte für die Festlegung einer Vorzugsrichtung der Magnetisierung stets eine endliche Feldstärke nötig ist. Der Verlauf der Magnetisierung bei zunehmender Feldstärke H (Kurve ——— in Abb. 6) ergibt sich aus der Überlagerung zweier Vorgänge:

- a) der zunehmenden Drehung der Magnetisierung in die Feldrichtung (Kurve — — — —);
- b) der zunehmenden Ausrichtung thermisch fehlorientierter Spinnmomente (sog. Paraprozess, Kurve — · — · —).

Dieses Verhalten wird für Temperaturen unterhalb $0.5 T_c$ beschrieben durch das Einmündungsgesetz

$$(11) \quad M(H, T) = M_s(T) \left(1 - \frac{a}{H} - \frac{b}{H^2} \right) + \chi_o H$$

mit geeigneten Konstanten a , b und χ_o .

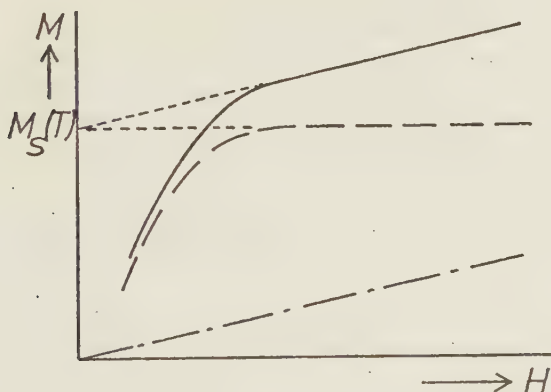


Abb. 6 : Einmündungsgesetz

Aus dem Einmündungsgesetz ergeben sich zwei Messmethoden für $M_s(T)$:

- a) In hohen Feldern steigt die Magnetisierungskurve linear mit H an (ein Abbiegen infolge Sättigung ist bei den experimentell erreichbaren Feldstärken noch nicht zu beobachten). Extrapolation auf $H = 0$ liefert unmittelbar den Wert der spontanen Magnetisierung M_s bei der gewählten Versuchstemperatur.

- b) In nicht so hohen Feldern ist die Kurve noch gekrümmt, und man kann aus ihrem Verlauf die Konstanten a , b und χ_0 bestimmen und daraus M_S ermitteln.

(Für einen zusammenfassenden Überblick siehe /21/).

Die angegebenen Methoden liefern Werte für M_S bis zur jeweils tiefsten zugänglichen Temperatur. Die Grösse der absoluten Sättigung $M_S(0)$ gewinnt man daraus mit Hilfe des oben zitierten Blochschen Gesetzes (10).

2.4. Messapparatur

2.4.1. Prinzipieller Aufbau

Im Verlauf der geplanten Experimente sind wiederholte Untersuchungen von $M_S(T)$ an zahlreichen Proben durchzuführen. Das erfordert eine kontinuierliche Messung des Temperaturgangs bei konstantem Feld H_0 . Der dadurch erhaltene Verlauf $M_{H_0}(T)$ kann insbesondere nahe T_c stark von $M_S(T)$ abweichen. Wählt man jedoch H_0 aus einem schmalen Feldstärkebereich, der sich

definieren lässt als die untere Grenze derjenigen Feldstärke, die auch bei tiefer Temperatur noch zu einer Sättigung des Materials führt (Abb.7), dann bleiben die in Kauf genommenen Abweichungen, wie eine eingehende Untersuchung ergab, innerhalb der Fehlergrenzen der Messapparatur. Sowohl

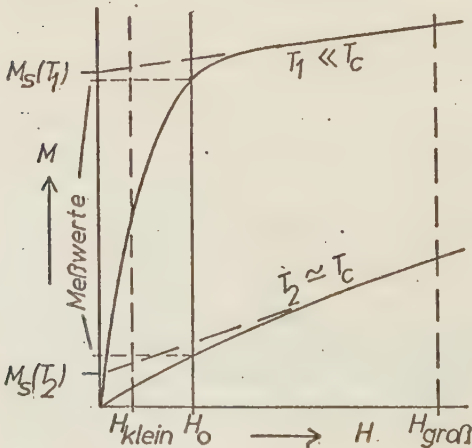


Abb. 7: Zur Wahl der Messfeldstärke

kleinere als auch grössere Feldstärkewerte ergeben teilweise erhebliche Abweichungen von der spontanen Magnetisierung. (Siehe dazu auch Abschnitt 10.2.3 in /18/).

Bei den Proben, deren Magnetisierungsverlauf gemessen werden soll, handelt es sich um ca. 1 cm^2 grosse, $5 \text{ }\mu\text{m}$ dicke Ni-Be-Folien mit einer Masse von nur 1 bis 2 mg. Trotzdem soll die Empfindlichkeit der Messanordnung so gross sein, dass im Temperaturbereich 100 bis 650 K die Genauigkeit der relativen Magnetisierungswerte etwa $\pm 5 \%$ beträgt.

Die genannten Forderungen lassen sich erfüllen mit einer Gegeninduktionsmethode, bei der sich zwei gleichartige Induktionsspulen in symmetrischer Anordnung im Inneren einer Feldspule befinden, die mit Wechselstrom betrieben wird. Dadurch entstehen in den Induktionsspulen zwei Wechselspannungen, die sich aufgrund der Gegeneinandschaltung kompensieren. Durch Einbringen einer ferromagnetischen Probe in eine dieser Spulen (Lesespule) wird dort der magnetische Fluss vergrössert, was zu einer nicht kompensierten Erhöhung der induzierten Spannung führt. Das so entstandene Signal wird verstärkt und gleichgerichtet und ist, wie weiter unten gezeigt wird, proportional zur maximal auftretenden Magnetisierung. Es wird auf den Y-Eingang eines X-Y-Schreiber gegeben. Die beiden Induktionsspulen befinden sich hintereinander auf einem Quarzglasrohr, dessen Achse mit derjenigen der Feldspule zusammenfällt. Auf einem Probenträger befestigt wird die Ni-Be-Folie im Rohrinternen in die Lesespule eingeführt. Sie ist in gutem thermischem Kontakt mit einem Kupfer-Konstantan-Thermoelement, das auf dem Probenträger angebracht ist. Die Aufheizung erfolgt durch einen Heissluftstrahl, der von einem Gebläse mit kontinuierlich variabler Heizleistung erzeugt wird. Eine Kühlung des Raums zwischen Glasrohr und Feldspule soll dabei verhindern, dass sich die Induktionsspulen erwärmen. Die Thermospannung wird auf den X-Eingang des Schreibers gegeben. Er zeichnet so direkt die $M(T)$ -Kurve auf, die wegen der Nichtlinearität der Thermo-

spannung allerdings geringfügig verzerrt ist.

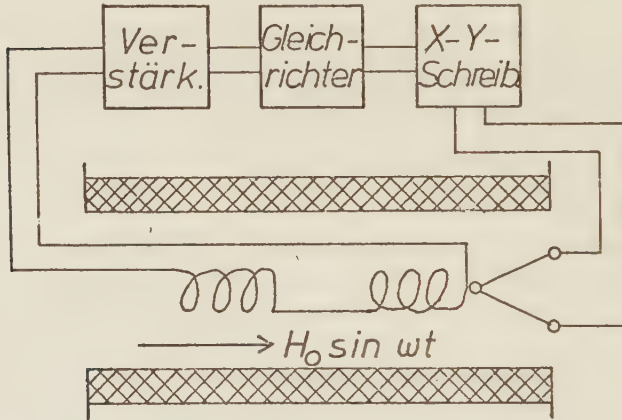


Abb. 8 : Messprinzip

Die gesamte induzierte Spannung hängt ab von der zeitlichen Änderung der magnetischen Flüsse ϕ_1 durch die Lesespule, ϕ_{pr} durch die in ihr befindliche Probe und ϕ_2 durch die Kompensationsspule. Es ist

$$\phi = \phi_1 + \phi_2 + \phi_{pr} \quad \text{und}$$

$$U_{ind} = - n \cdot d\phi / dt \quad \text{sowie}$$

$$\phi_1 = \mu_0 q_1 H_1^0 \sin \omega t ; \quad \phi_2 = -\mu_0 q_2 H_2^0 \sin \omega t$$

$$\phi_{pr} = \mu_0 q_{pr} M_{pr} ,$$

wenn H_1^0 und H_2^0 die Scheitelwerte der Feldstärke an den Orten der Induktionsspulen und q_1 , q_2 , q_{pr} die jeweiligen Querschnitte bedeuten. Damit wird

$$\begin{aligned}
 (12) \quad U_{\text{ind}}(t) &= \mu_0 n_1 q_1 H_1^0 \omega \cos \omega t - \mu_0 n_2 q_2 H_2^0 \omega \cos \omega t \\
 &\quad + \mu_0 n_1 q_{\text{pr}} \cdot \frac{dM_{\text{pr}}}{dt} \\
 &= \frac{\pi}{2} \cdot \Delta \cdot \cos \omega t + \mu_0 n_1 q_{\text{pr}} \frac{dM_{\text{pr}}}{dt}
 \end{aligned}$$

mit zeitunabhängigem $\Delta = \frac{2}{\pi} \mu_0 \omega (n_1 q_1 H_1^0 - n_2 q_2 H_2^0)$

(siehe Abb. 9).

Der Schreiber zeichnet den Effektivwert der Spannung auf, der definiert ist durch

$$U_{\text{eff}} = \frac{1}{\tau} \int_0^{\tau} |U(t)| dt \quad \text{mit } \tau = \text{Periodenlänge.}$$

Auf obigen Ausdruck (12) für U_{ind} angewandt liefert das:

$$\begin{aligned}
 (13) \quad U_{\text{eff}} &= \frac{\pi}{2} \Delta \cdot \frac{1}{\tau} \int_0^{\tau} |\cos \omega t| dt + \mu_0 n_1 q_{\text{pr}} \frac{1}{\tau} \int_0^{\tau} \left| \frac{dM}{dt} \right| dt \\
 &= \Delta + \frac{2}{\pi} \mu_0 \omega n_1 q_{\text{pr}} \cdot M_{\text{max}}
 \end{aligned}$$

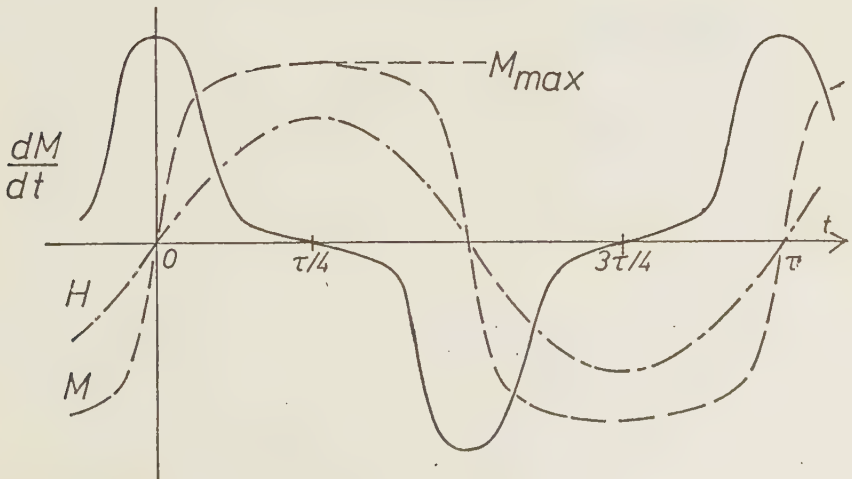


Abb. 9 : Zeitlicher Verlauf von Feld und Magnetisierung.

Der zweite Term stellt das Probensignal dar, das proportional zur maximal auftretenden Magnetisierung $M_{\max}$ ist, während der erste Term von der Restspannung der leeren Induktionsspulen herrührt. Es erwies sich als zweckmässig, diese nicht ganz zu kompensieren, da der Verstärker bei verschwindendem Signal manchmal Instabilität zeigte. Leider hatte Δ einen Temperaturgang, der jedoch streng reproduzierbar war und nachträglich eliminiert werden konnte. Bei einer Proben- aufheizung zeichnet der Schreiber also folgenden Verlauf auf:

$$U_{\text{eff}}(T) = \Delta(T) + K \cdot M(T)$$

mit der temperaturunabhängigen Konstante $K = \frac{2}{\pi} \mu_0 \omega n_1 q_{\text{pr}}$.

2.4.2. Feldfrequenz und Signalgrösse

Die Grösse des Meßsignals steigt linear mit der Frequenz der Feldänderung. Es wird jedoch durch die magnetische Nachwirkung und die zunehmende abschirmende Wirkung der Wirbelströme in der Probe nach oben begrenzt. Da bei Vorversuchen höhere Frequenzen gegenüber einer solchen von 50 Hz keinen entscheidenden Vorteil brachten, wurde der einfachen Handhabung wegen Netzfrequenz verwendet.

Eine Abschätzung von K ergibt mit den Werten

$$\omega = 10^2 \pi \text{ s}^{-1}, \quad n_1 = 10^3; \quad q_{\text{pr}} = 25 \cdot 10^{-3} \text{ mm}^2 :$$

$$K = \frac{2}{\pi} \cdot 4\pi \cdot 10^{-7} \cdot 10^2 \pi \cdot 10^3 \cdot 25 \cdot 10^{-9} = 6 \cdot 10^{-9} \text{ Vm/A}$$

Mit $M_{\max} = 0.5 \cdot 10^6 \text{ A/m}$ lässt sich die zu erwartende Signalgrösse abschätzen zu

$$U_{\text{eff}}^{\text{pr}} = 6 \cdot 10^{-9} \cdot 0.5 \cdot 10^6 = 3 \cdot 10^{-3} \text{ V} = 3 \text{ mV}$$

2.4.3. Spannungsmessgerät

Für die Auswahl eines Gerätes zur Messung des Effektivwerts der Induktionswechselspannung muss neben der zu erwartenden Grösse des Signals auch seine Form bekannt sein. Zu diesem Zweck wurde die Meßspannung auf einem Oszilloskop dargestellt und photographisch festgehalten. Es handelt sich dabei im wesentlichen um den periodischen Verlauf von dM/dt . Die Sinusform des angelegten magnetischen Wechselfeldes mit einer Halbwertsbreite von 6.7 ms ist infolge des nichtlinearen Zusammenhangs zwischen M und H zu einer nur noch ca. 40 μ s breiten Nadel verzerrt.

Ein den Effektivwert anzeigendes Wechselspannungsmessgerät ist durch die maximal zulässige Grösse des Tastverhältnisses gekennzeichnet. Das ist bei periodisch wiederkehrenden Rechteckimpulsen das Verhältnis von Periodenlänge zu Impulsdauer. In unserem Fall beträgt das Tastverhältnis $6700/40 \approx 170$. Normalerweise lassen Wechselspannungsmesser nur Tastverhältnisse bis 100 zu. Dieser Wert erhöht sich aber, wenn der Messbereich nur zu $1/a$ ausgenutzt wird, um den Faktor a^2 ; d.h. bei einem Effektivwert bis zur halben Skalenbreite ist ein Tastverhältnis von 400 zulässig /22/.

Verwendet wurde das AC-Mikrovoltmeter 3410 A der Fa. Hewlett Packard. Es handelt sich dabei um ein abstimmbares lock-in-Voltmeter hoher Empfindlichkeit. Sein Frequenzumfang reicht von 5 Hz bis 600 kHz, sein Spannungsbereich in 13 Stufen von 3 μ V bis 3 V mit einer Genauigkeit von ± 3 %. Das Gerät besitzt einen Schreiber Ausgang, der eine messwertproportionale Gleichspannung (1 V bei Vollausschlag) liefert.

2.4.4. Feldspule und Induktionsspulen

Zur Feststellung der geeigneten Spulenfeldstärke wurde die Magnetisierungskurve sowohl von Nickel als auch der verwendeten Ni-Be-Legierung mit zwei verschiedenen Apparaturen aufgenommen. (Herrn v. Hellermann sei an dieser Stelle für die Durchführung eines Teils der Messungen gedankt).

Wie die folgende Abbildung 10 zeigt, ist bei einer Feldstärke

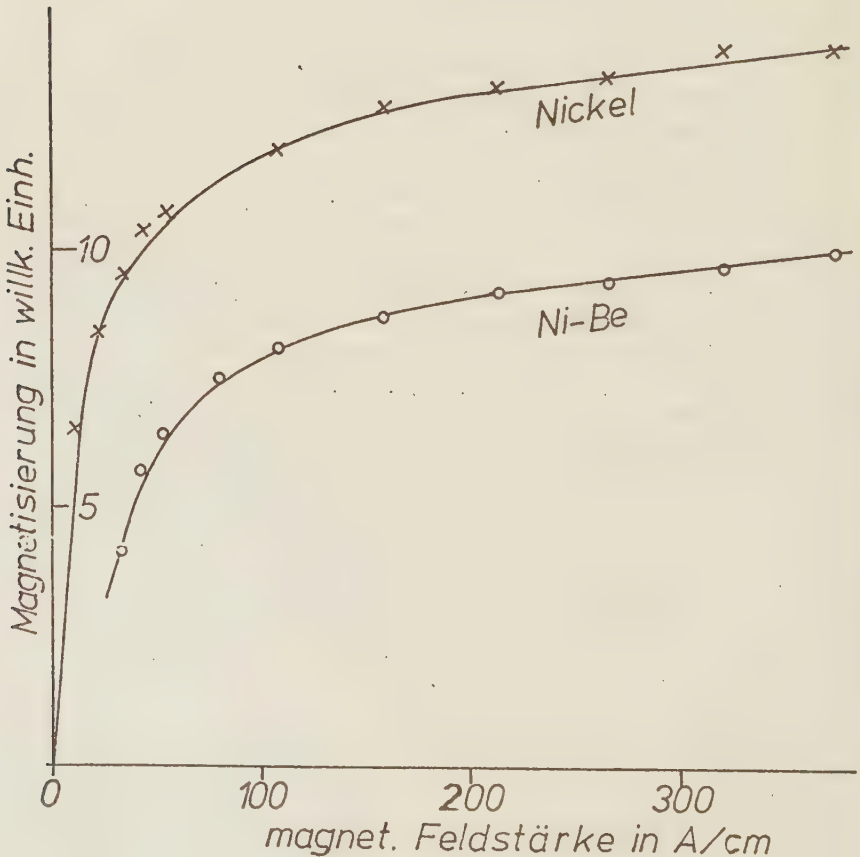


Abb. 10 : Sättigungsfeldstärke

von rd. 200 A/cm bereits weitgehend Sättigung erreicht. Sie wurde deshalb bei der Konzeption der Feldspule zugrunde gelegt.

Die Feldspule trug über einer Länge von 20.0 cm 1512 Windungen in 8 Lagen. Der mittlere Durchmesser einer Windung war 4.0 cm, der Drahtdurchmesser 1.0 mm.

Daraus resultierten eine Induktivität von 18 mH und ein ohmscher Widerstand von 4.2Ω .

Es ist $H(t) = (N/L) \cdot I(t) = 75.6 \cdot I(t) \text{ A/cm}$

bzw. $H_o = 75.6 \cdot \sqrt{2} \cdot I_{\text{eff}} = 106.9 \cdot I_{\text{eff}} \text{ A/cm}$

Gemessen wurde stets bei einer Stromstärke von 1.8 A; das entspricht einem Scheitelwert des Magnetfeldes $H_o = 192.4 \text{ A/cm}$. Dem Stromversorgungsgerät lag folgende Schaltung zugrunde:

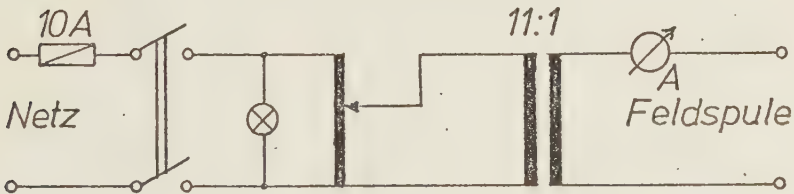


Abb. 11 : Stromversorgung der Feldspule

Der Feldverlauf längs der Achse einer geraden Spule mit Durchmesser $2r$ ist gegeben durch

$$(14) \quad H(x) = 0.5 \cdot \frac{N}{L} \cdot I \left(\frac{x}{\sqrt{r^2 + x^2}} + \frac{L - x}{\sqrt{r^2 + (L-x)^2}} \right)$$

$$\text{mit } H\left(\frac{L}{2}\right) = N \cdot I / \sqrt{4r^2 + L^2}$$

$$\text{und } H(0) = N \cdot I / 2 \sqrt{r^2 + L^2}$$

(Der Nullpunkt der x-Achse liegt am Spulenanfang).

Die folgende Abbildung 12 zeigt über dem Aufbau der Feldspule den gemessenen Feldverlauf.

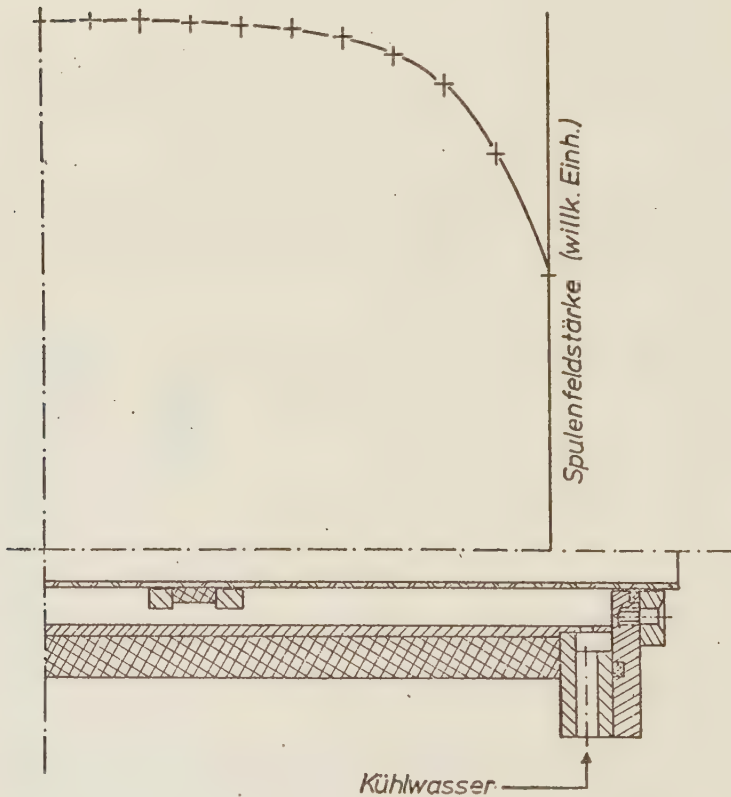


Abb. 12 : Spulenaufbau und Feldverlauf

Jede der beiden Induktionsspulen war 8 mm lang und trug bei einer Drahtstärke von 0.1 mm 30 Lagen zu je 80 Windungen, d.h. insgesamt 2400 Windungen. Sie hatten einen ohmschen Widerstand von je 265 Ω und eine Induktivität von 200 mH. Das Quarzrohr, auf dem sie montiert waren, hatte einen Aussendurchmesser von 12 mm. Ihr Abstand zur Spulenmitte wurde so gewählt, dass sie in den Beginn des axialen Feldgradienten zu liegen kamen. Durch Verschieben des Quarzrohrs in Richtung seiner Achse liess sich so die Grösse der nicht kompensierten Restspannung Δ nach Bedarf einstellen.

Es zeigte sich, dass diese Spannung einen störenden Temperatureingang aufwies. Eine direkte Kühlung der Induktionsspulen sollte diesen Effekt möglichst gering halten. Dazu wurde der Raum zwischen Quarzrohr und Feldspule in einen geschlossenen Kühlkreislauf einbezogen. Eine kleine Pumpe wälzte das als Kühlmittel verwendete destillierte Wasser um; ein in eine Eis-Wasser-Mischung tauchender Vorratsbehälter diente als Wärmeaustauscher. Zusätzlich bewirkte die Kühlung des Spuleninnenraums eine konstante Temperatur der Feldspulenwicklung.

2.4.5 Probenträger

Aufgabe des Probenträgers war es, während der Messung die Ni-Be-Folie im Zentrum der Lesespule zu fixieren. Er musste frei von allen ferromagnetischen Materialien sein, Temperaturen bis 400°C aushalten und die Möglichkeit für eine weitgehend trägheitslose Messung der jeweiligen Probertemperatur bieten. Abb. 13 zeigt seinen Aufbau. Er war aus Dural gefertigt und trug ein speziell gestaltetes Thermoelement aus Kupfer-Konstantan. An der Meßstelle war der Kupferanschluss stark verbreitert und diente als Unterlage für die Ni-Be-Folie. Die beiden Zuleitungen wurden, mittels dünner Glimmerstreifen gegeneinander und gegen den Probenträger isoliert,

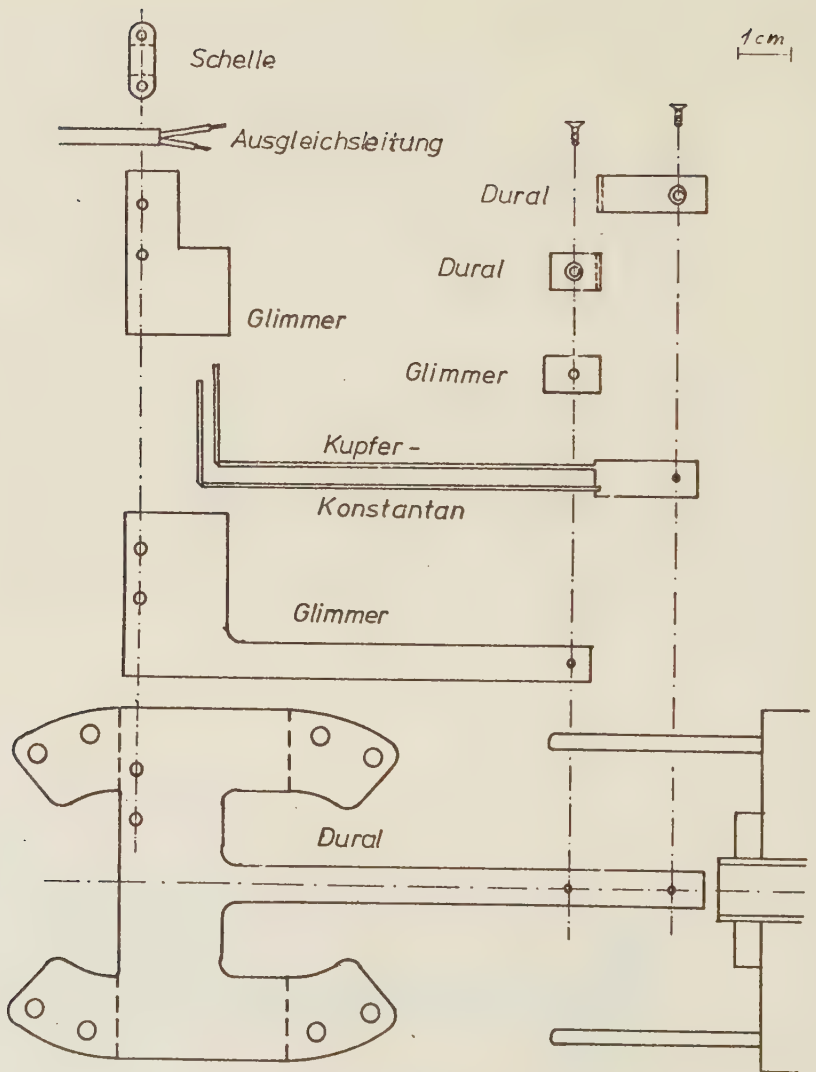


Abb. 13 : Probenträger mit Thermoelement

an diesem entlang aus dem Spuleninneren herausgeführt und mit Ausgleichsleitungen verlötet. Während der Kupferanschluss im Bereich seines verbreiterten Anhangs mit dem Probenträger elektrischen Kontakt hatte, war der Konstantananschluss samt der punktgeschweissten Kontaktstelle gegen diesen vollständig isoliert. Die mit Hilfe von Azeton auf die Unterlage aufgeschwemmte Probe wurde durch ein Duralstück mit polierter Oberfläche festgedrückt. Führungsstäbe an der Stirnseite der Feldspule erlaubten die exakte Positionierung des Probenträgers. Das Thermoelement-Signal lag - unter Zwischenschaltung einer Vergleichsstelle - am X-Eingang des X-Y-Schreibers HR 101 der Fa. Houston Instruments Corp. Er war gekennzeichnet durch die Daten

Eingangswiderstand	100 kOhm,
max. Empfindlichkeit	0.5 mV/cm,
Genauigkeit	0.5 %
Schreibgeschwindigkeit	20 cm/s.

Die Eichung der X-Ablenkung des Schreibers ergab einen Wert von 2.020 cm/mV über die gesamte Schreibbreite. Das Thermoelement zeigte im Bereich 0 bis 160°C eine linear mit dem Messwert ansteigende Abweichung vom Tabellenwert von +0.15 °C/100 °C. Ein Vergleich des gemessenen Curiepunkts von reinem Nickel mit dem Tabellenwert von 358°C ergab, dass die Linearität der Abweichung bis zu dieser Temperatur Gültigkeit hatte.

2.4.6 Heizgebläse

Die Aufheizung der Proben in der Messapparatur geschah mit Hilfe eines Luftstrahls. Um damit die Curietemperatur von Nickel überschreiten zu können, ist ein Gebläse nötig, das hohe Heizleistung mit geringem Luftdurchsatz verbindet. Verwendet wurde ein Heissluftgebläse ("Thermogun", eigentliches Einsatzgebiet Kunststoffschweißen), dessen 1100 W - Heizpatrone eine Luftaustrittstemperatur von über 500°C erzeugte. Es wurde so umgebaut, dass die Heizspannung mittels

eines Spartrafos stufenlos zwischen 0 und 220 V verändert werden konnte. Ein Elektromotor verstellte über ein Schneckengetriebe den Abgriff kontinuierlich. Damit war eine Variation der Aufheizgeschwindigkeit in weiten Grenzen möglich.

Ein zwischen Gebläse und Feldspule befindliches Keramikrohr sollte den durchtretenden Luftstrahl stabilisieren und eine Einstreuung magnetischer Störfelder des Gebläse-motors auf die Induktionsspulen verhindern. Die Übergänge Luftaustrittsdüse-Keramikrohr und Keramikrohr-Glasrohr der Feldspule wurden von Drehporzellantteilen gebildet. Gebläse, Zwischenstück und Feldspule waren fest auf einer Grundplatte montiert (Abb. 14).

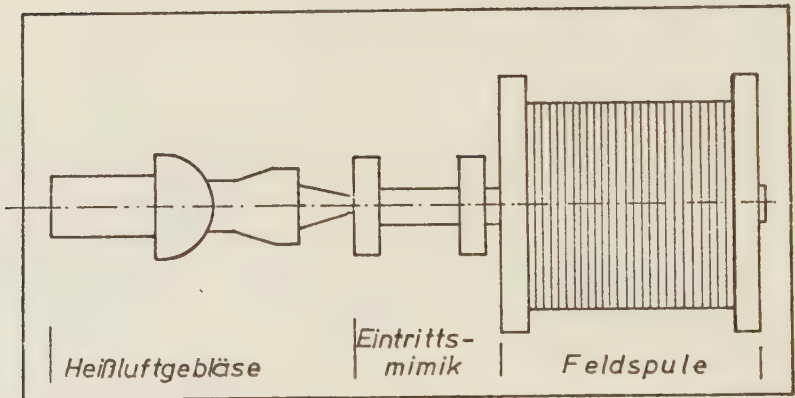


Abb. 14 : Gesamtansicht Messapparatur

Der Temperaturgradient des Luftstrahls am Ort der Probe war kleiner als $0.05^{\circ}\text{C}/\text{mm}$. Das ergab sich sowohl aus einer Abtastung des Temperaturprofils mit Hilfe des Probenträger-Thermoelements als auch aus dem Vergleich zweier $M(T)$ -Kurven

derselben Probe, die sich einmal sehr nahe bei der Lötstelle des Thermoelements, das andere Mal möglichst weit davon entfernt befand (Unterschied ca. 2 mm). Es war dabei keine Verschiebung der beiden gemessenen Kurven über der Temperaturachse festzustellen. Darüber hinaus zeigte sich, dass bei der verwendeten Aufheizgeschwindigkeit von ca. $60^{\circ}\text{C}/\text{min}$. (Mittelwert, da keine lineare Temperatursteigerung) in den $M(T)$ -Kurven keine Temperaturhysterese zwischen Aufheizung und Abkühlung stattfand.

2.4.7. Eichung der Apparatur und Messvorgang

Mit Hilfe einer Probe aus reinem Nickel, die in Form und Grösse mit den anderen Proben übereinstimmte, liess sich die Messapparatur absolut eichen. Da die spontane Magnetisierung von Ni bei 0 K $0.512 \cdot 10^6$ A/m beträgt und bei 300 K um den Faktor 0.935 herabgesetzt ist, erwarten wir bei einer Probendicke von 6 μm und einer Breite von 7.0 mm ein Messsignal der Grösse

$$\begin{aligned} U_{\text{eff}}(300 \text{ K}) &= K \cdot M_s = \frac{2}{\pi} \mu_0 \omega n_1 q_{\text{Ni}} M_s(300 \text{ K}) \\ &= 12.1 \text{ mV}. \end{aligned}$$

Dem steht ein gemessener Wert von 4.25 mV gegenüber.

Als Ursache für diese Abweichung müssen wir annehmen, dass wegen der Kleinheit der Proben nur ein Teil der 2400 Windungen der Lesespule voll zum Meßsignal beiträgt (wegen der Probengeometrie scheidet ein Einfluss des Entmagnetisierungsfaktors aus). Für den wirksamen Anteil n_{eff} der Spulenwindungen erhält man aus

$$U_{\text{Ni}}(\text{theor.})/U_{\text{Ni}}(\text{gemessen}) = n_1/n_{\text{eff}}$$

den Wert $n_{\text{eff}} = 2400 \cdot \frac{4.25}{12.1} = 840$ Windungen.

Dieses Ergebnis bestätigte sich auch bei späteren Messungen an anderen Proben.

Die Konstante K nimmt damit den Wert an:

$$K = 2.20 \cdot 10^{-9} \text{ Vm/A}$$

Für den Zusammenhang der Magnetisierung mit der gemessenen Spannung folgt daraus:

$$M = \frac{1}{K} \cdot U_{\text{eff}} = 0.455 \cdot 10^9 \cdot U_{\text{eff}} \quad \text{A/m}$$

(U_{eff} in V).

Den wichtigsten Test für die Brauchbarkeit der entwickelten Messapparatur bildete der Vergleich einer mit ihr aufgenommenen $M(T)$ -Kurve von reinem Nickel mit bereits bekannten Messungen /20/. Wie aus Abb. 15 hervorgeht, liegen die Abweichungen in allen Temperaturbereichen unter 5 %.

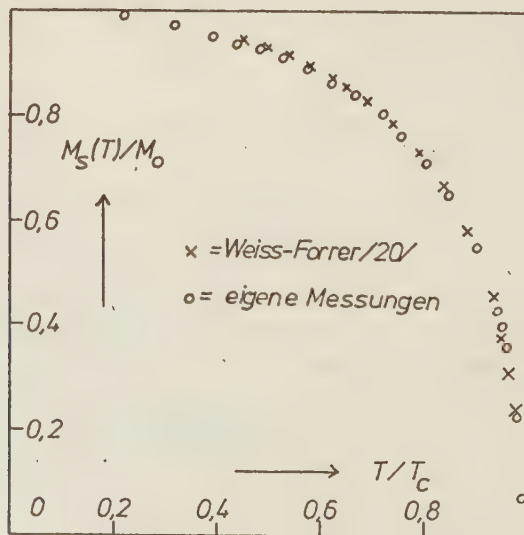


Abb. 15 : Normalkurve von Nickel

Zur Erfassung des Gebiets unter 0°C wurde der Probenträger vor Einbringen in die Lesespule in flüssigen Stickstoff getaucht. Bei einer Aufheizgeschwindigkeit von $60^{\circ}\text{C}/\text{min.}$ hätte die Heizdauer mehr als 5 Minuten betragen. Die damit verbundene Erwärmung der Induktionsspulen führt aber zu einem starken Anwachsen der Restspannung. Es war daher günstiger, durch rascheres Aufheizen eine gewisse Temperaturhysterese in den schnell durchfahrenen Bereichen (beim Heizen tiefe Temperaturen, beim Abkühlen hohe Temperaturen) in Kauf zu nehmen. Sie betrug maximal 2°C und liess sich durch Kombination von Vor- und Rücklauf weitgehend kompensieren.

Doch auch bei der kurzen Aufheizdauer (wenn also nicht so hohe Temperaturen erreicht werden mussten) spielte der Temperaturgang der Restspannung eine Rolle. Wegen seiner guten Reproduzierbarkeit konnte er in Heizzyklen ohne Probe erfasst und von den Messkurven abgezogen werden. Diese Reproduzierbarkeit war dann gegeben, wenn die Messungen unter denselben Bedingungen und mit dem gleichen zeitlichen Ablauf erfolgten. Dieser bestand darin, dass sich der in flüssigen Stickstoff getauchte und dann rasch in Messposition gebrachte Probenträger von selbst erwärmte und dann bei Überschreiten bestimmter Temperaturmarken das Gebläse und danach die Heizung beim unteren Wert der Heizspannung (50 V) eingeschaltet wurden. Ein Getriebemotor erhöhte sie gleichmässig bis zu einem Höchstwert, bei dessen Erreichen die Messkurvenaufzeichnung zur Markierung des Nullpunkts der Temperaturachse (Vergleichsstellentemperatur), zur Verschiebung dieser Achse für den Rücklauf und zur Markierung des neuen Nullpunkts unterbrochen wurde; die Abkühlung erfolgte im Luftstrahl bei abgeschalteter Heizung. Die zweimalige Wiederholung des geschilderten Ablaufs - allerdings mit Beginn bei Raumtemperatur - sollte u.a. die Fehlergrenze der Temperaturachse herabsetzen. Die Einstell- und Ableseunsicherheit des X-Y-Schreibers betrug ca. 0.5 mm. Die Temperaturbestimmung bestand in einer Längenmessung zwischen dem interessierenden Punkt und der Markierung der Vergleichsstellentemperatur (die auf 0.05°C

genau bestimmt werden konnte). Im statistischen Mittel der sechs aufgenommenen Kurven sollte damit die Temperaturunsicherheit kleiner als $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ sein.

Die folgende Abb. 16 zeigt ein Beispiel einer aufgezeichneten Magnetisierungskurve sowie des davon abzuziehenden Restspannungsverlaufs.

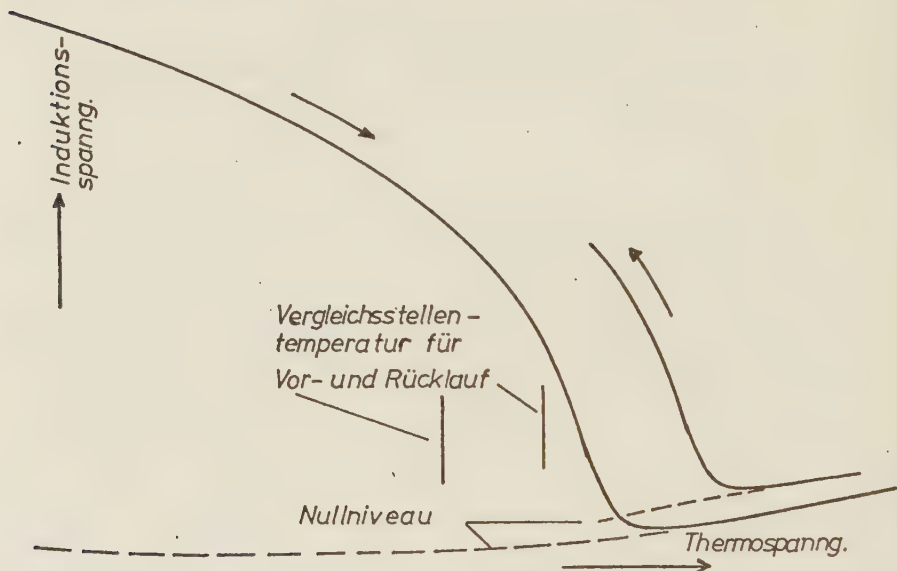


Abb. 16 : Messkurve (Beispiel)

3. DEFEKTERZEUGUNG DURCH BESTRAHLUNG

3.1. Wirkung schneller Elektronen beim Durchtritt durch Materie

Wie bereits in der Einleitung gezeigt, kann man den Diffusionsvorgang in einem Festkörper verstärken, indem man durch Einwirkung energiereicher Strahlung zusätzlich zu den im thermischen Gleichgewicht vorhandenen Leerstellen weitere Defekte erzeugt. Dazu müssen einzelne Atome durch elastische Stösse so weit von ihren ursprünglichen Gitterplätzen entfernt werden, dass sie mit der zurückbleibenden Leerstelle nicht wieder spontan rekombinieren können. Die hierfür erforderliche Verlagerungsenergie E_v setzt sich aus der Bildungsenergie eines Frenkeldefekts ($\simeq 5$ eV) und dem Energieverlust bis zum Verlassen des Rekombinationsvolumens ($\simeq 20$ eV) zusammen (das Gebiet spontaner Rekombination umfasst ca. 100 Gitterplätze). Die im Stoss übertragene Energie steigt mit zunehmender Masse des stossenden Teilchens. Dadurch wird das primär verlagerte Atom immer mehr in die Lage versetzt, seinerseits Defekte zu erzeugen (Defektvervielfachung, Kaskade).

Demgegenüber besteht im vorliegenden Fall Interesse an der Produktion möglichst gleichmässig verteilter, unkorrelierter Frenkeldefekte. Wegen ihrer geringen Masse (und dem damit verbundenen geringen Energie transfer) sowie ihrer im Vergleich zu anderen Teilchenarten hohen Eindringtiefe in Materie sind dafür Elektronen besonders geeignet. Man muss sie allerdings auf relativistische Geschwindigkeiten beschleunigen (MeV - Bereich), damit die übertragenen Energiebeträge zur Defektbildung ausreichen. Die relativistischen Elektronen erfahren an den Atomkernen Rutherford-Streuung. Bei Ablenkung um einen Winkel θ wird ein Energiebetrag T auf das Streuzentrum übertragen:

$$(15) \quad T = 2 \frac{m}{M} \frac{\beta^2}{mc^2} (E + mc^2)^2 \sin^2 \frac{\theta}{2}$$

m = Ruhmasse des Elektrons,

M = Masse des gestossenen Atoms,

$\beta = v/c$ mit v = Elektronengeschwindigkeit und
 c = Vakuum-Lichtgeschwindigkeit,

$$E = \frac{mc^2}{\sqrt{1-\beta^2}} - mc^2 = \text{kinetische Energie des Elektrons};$$

aus der letzten Beziehung folgt für den Zusammenhang zwischen kinetischer Energie und relativistischem Faktor β :

$$(16) \quad \beta = \frac{\sqrt{E^2 + 2mc^2 E}}{E + mc^2}$$

Die maximale Energieübertragung erfolgt beim zentralen Stoss ($\theta = \pi$) und liefert den Wert

$$(17) \quad T_m = 4 \frac{m}{M} E \left(\frac{E}{2mc^2} + 1 \right)$$

(zum Vergleich: bei nichtrelativistischer Rutherford-Streuung beträgt

$$T_m = \frac{4mM}{(m+M)^2} E \simeq 4 \frac{m}{M} E \quad \text{für } m \ll M).$$

Damit es bei Elektronenbestrahlung von Nickel überhaupt zur Produktion stabiler Defekte kommt, darf T_m nicht kleiner als die Verlagerungsenergie E_v von 24 eV /23,24/ sein. Das erfordert nach (17) eine Mindest-Elektronenenergie von 0.45 MeV (Abb. 17).

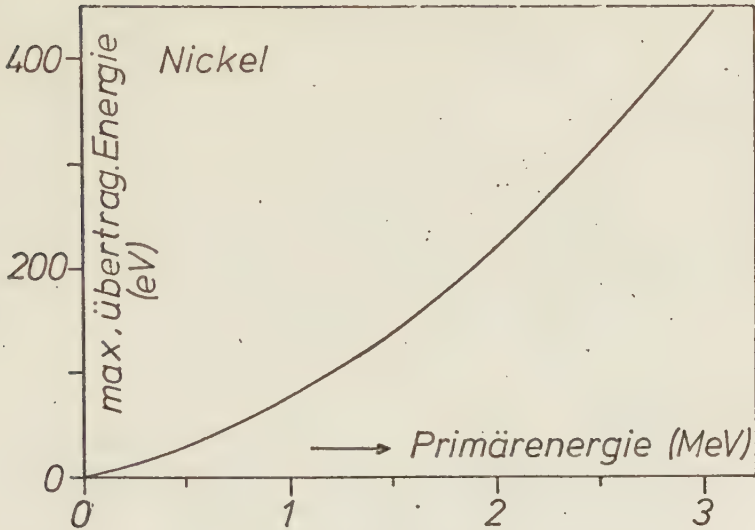


Abb. 17 : Maximal übertragbare Energie als Funktion der Primärenergie

Der Streuwinkel θ ist folgendermassen mit dem Stossparameter p verknüpft:

$$(18) \quad \tan \frac{\theta}{2} = \frac{b}{2p} \quad ;$$

dabei ist der Stossdurchmesser b (kleinste Kernannäherung beim zentralen Stoss) gegeben durch

$$(19) \quad b = \frac{2 Z e^2}{\beta^2 m c^2} \quad ,$$

wobei $Z \cdot e$ die Ladung des gestossenen Kerns bedeutet.

Dieser Zusammenhang ermöglicht die Ermittlung des differentiellen Wirkungsquerschnitts für Streuung in den Winkelbereich $(\theta, \theta + d\theta)$:

$$(20) \quad d\sigma = (1-\beta^2) \left\{ 1-\beta^2 \cdot \sin^2 \frac{\theta}{2} + \pi Z \alpha \beta \sin \frac{\theta}{2} (1-\sin \frac{\theta}{2}) \right\} d\sigma_c$$

Hierin ist

$$d\sigma_c = \frac{\pi b^2}{4} \cos \frac{\theta}{2} \sin^{-3} \frac{\theta}{2} d\theta$$

der entsprechende differentielle Wirkungsquerschnitt für nicht-relativistische Rutherford-Streuung und

$$\alpha = \frac{2\pi e^2}{hc} = 7.297 \cdot 10^{-3}$$

die Sommerfeld-Feinstrukturkonstante /25,26/.

Der totale Verlagerungsquerschnitt ergibt sich aus (20) durch Integration zwischen den Energiegrenzen

E_v und T_m zu

$$(21) \quad \sigma_d = \frac{\pi}{4} b^2 (1-\beta^2) \left\{ \frac{T_m}{E_v} - 1 - \beta^2 \ln \frac{T_m}{E_v} + \pi Z \alpha \beta (2 \sqrt{T_m/E_v} - 2 - \ln \frac{T_m}{E_v}) \right\}$$

bzw. mit der Abkürzung $T_m/E_v = X$:

$$(21') \quad \sigma_d = \frac{\pi}{4} b^2 (1-\beta^2) \left\{ X - 1 - \beta^2 \ln X + \pi Z \alpha \beta (2 \sqrt{X} - 2 - \ln X) \right\}.$$

Die im Mittel auf ein verlagertes Atom übertragene Energie $\bar{T}_d$ beträgt

$$(22) \quad \frac{\bar{T}_d}{T_m} = \frac{1}{X} = \frac{\ln X - \beta^2(1-1/X) + \pi Z \alpha \beta (1-1/\sqrt{X})^2}{X - 1 - \beta^2 \ln X + \pi Z \alpha \beta (2 \sqrt{X} - 2 - \ln X)}$$

In derselben Notation hat der Faktor $\bar{s}_2$ für die mittlere Defektvervielfachung die Gestalt /27/

$$(23) \quad \bar{s}_2 = \frac{0.5 X (1 - \ln 2 + \ln X) + \beta^2 (1 - \ln 2 - 0.5 X)}{(X - 1 - \beta^2 \ln X) - \pi Z \alpha \beta (2 \sqrt{X} - 2 - \ln X)} \\ - \frac{\pi Z \alpha \beta (1 - \ln 2 - (2 \sqrt{2} - 2) \sqrt{X} + 0.5 X)}{(X - 1 - \beta^2 \ln X) - \pi Z \alpha \beta (2 \sqrt{X} - 2 - \ln 0.5 X)}$$

Die folgende Tabelle und Abb. 18 geben den Verlauf von σ_d , $\bar{T}_d$ und $\bar{s}_2$ als Funktion der Primärenergie wieder.

E (MeV)	β^2	T_m (eV)	$\bar{T}_d$ (eV)	σ_d (barn)	$\bar{s}_2$
0.5	0.7445	27.6	25.1	4.5	
1.0	0.8856	73.4	35.7	37.1	
1.5	0.9354	137.4	43.5	54.0	
2.0	0.9586	219.5	50.2	63.2	1.190
2.5	0.9712	319.8	56.2	68.8	1.295
3.0	0.9788	438.2	61.6	72.4	1.388

Damit lässt sich die Zahl der pro Atom in der Zeiteinheit produzierten Frenkeldefekte angeben:

$$(24) \quad K = \sigma_d \cdot \bar{s}_2 \cdot \phi \quad (s^{-1}) ;$$

ϕ ist die Elektronenflussdichte.

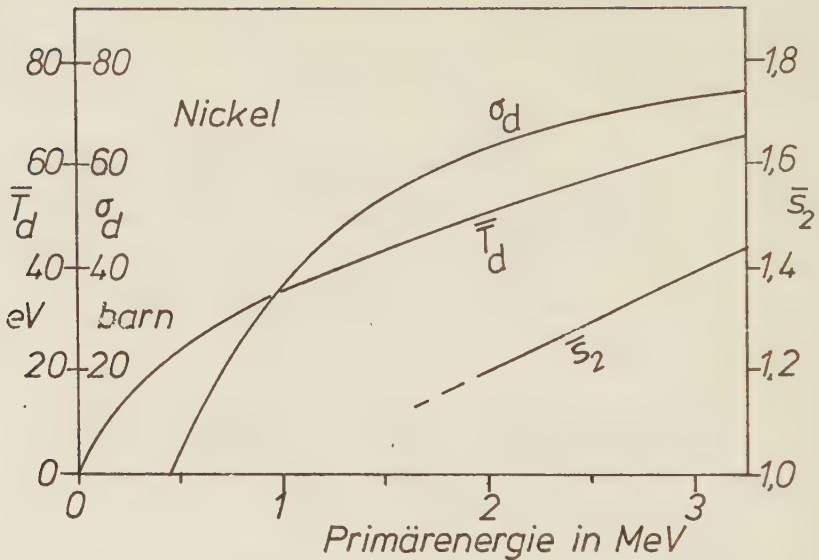


Abb. 18 : Mittlere übertragene Energie $\bar{T}_m$, Verlagerungsquerschnitt σ_d und Kaskadenfaktor $\bar{s}_2$ als Funktion der Primärenergie in Nickel.

Die geschilderten elastischen Stöße machen nur einen geringen Anteil am gesamten Energieverlust aus, den schnelle Elektronen beim Durchgang durch Materie erleiden. Zum grössten Teil verlieren sie ihre Energie infolge Anregung und Ionisation durchstrahlter Elektronenhüllen. Hierfür gilt /28/

$$(25) \quad - \frac{dE}{dx} = 2\pi NZ r_0^2 \frac{mc^2}{\beta^2} \left(\ln \frac{\beta^2 mc^2 E}{I^2 Z^2 (1-\beta^2)} - 2\beta^2 \right).$$

Darin bedeutet

N die Anzahl der Atome pro cm^3 ,

$r_0 = 2.8 \cdot 10^{-13}$ cm den klassischen Elektronenradius,

I eine mittlere Ionisierungsenergie (11...14 eV, für Al 11.5 eV)

Hinzu kommt noch ein Anteil, der durch Bremsstrahlung im Kernfeld entsteht. Seine Grösse lässt sich aus der /28/ entnommenen Abb. 19 ablesen. Sie zeigt den Gesamtenergieverlust und seine Aufspaltung in die beiden wichtigen Terme.

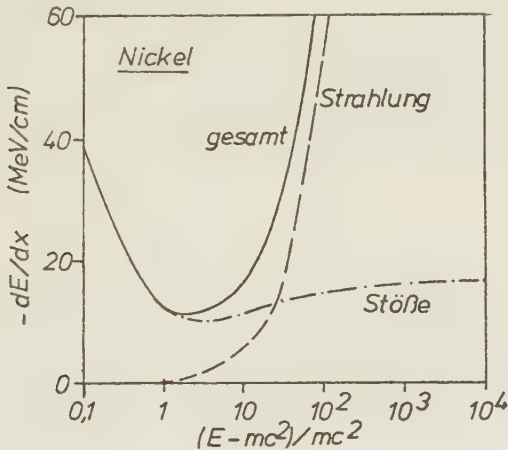


Abb. 19 : Energieverlust schneller Elektronen in Nickel

3.2 Konzeption der Bestrahlungsapparatur

Gemäss der gestellten Aufgabe muss die Bestrahlungsapparatur folgende wesentliche Anforderungen erfüllen:

- gleichmässige Durchstrahlung des gesamten Probenvolumens;
- Möglichkeit zur Einstellung beliebiger Bestrahlungstemperaturen im Bereich 100 bis 300°C sowie deren Messung und Konstanthaltung auch während der Bestrahlung;
- davon unabhängige Variationsmöglichkeit für die Strahlstromdichte (mindestens um den Faktor 4) und deren Messung;

d) Grössenordnung der Frenkeldefekt-Produktionsrate
 $K \simeq 10^{-7} \text{ s}^{-1}$.

Für die Experimente stand ein Van-de-Graaff-Generator zur Verfügung, der bei einer maximalen Stromstärke von 1 mA Elektronen bis auf 3 MeV beschleunigen konnte; sein optimaler Arbeitsbereich lag bei 2.5 MeV. Bei dieser Elektronenenergie beträgt der Verlagerungsquerschnitt in Nickel ca. 69 barn (in Beryllium mit 7 barn eine Grössenordnung weniger), der Vervielfachungsfaktor $\bar{s}_2$ ist 1.29 (Abb. 18). Die angestrebte Frenkeldefekt-Produktionsrate erfordert somit eine Elektronenflussdichte

$$\phi = \frac{K}{\sigma_v \cdot \bar{s}_2} \simeq 1.2 \cdot 10^{15} \text{ el/cm}^2 \text{ s.}$$

Dem entspricht eine Stromdichte von ungefähr $0.2 \cdot 10^{-3} \text{ A/cm}^2$. Mit Hilfe von Gleichung (25) lässt sich damit die zu erwartende Energieabsorption in den etwa 5 μm dicken Proben abschätzen. Mit den für Nickel geltenden Zahlenwerten

$$N = 0.915 \cdot 10^{23} \text{ Atome/cm}^3; \quad Z = 28; \quad I = 12 \text{ eV}$$

und dem Wert $\beta^2 = 0.970$ für 2.5 MeV-Elektronen ergibt sich für den Energieverlust durch inelastische Stösse:

$$- \frac{dE}{dx} = 0.668 \cdot 10^6 (\ln 366 \cdot 10^6 - 1.94) \simeq 12 \cdot 10^6 \text{ eV/cm};$$

das sind in 5 μm nur etwa 6000 eV. Bei einer Stromdichte von $200 \mu\text{A/cm}^2$ nimmt die Folie die Leistung

$$P = - \frac{dE}{dx} \Delta x \cdot \phi \simeq 7 \cdot 10^{18} \text{ eV/cm}^2 \text{ s auf};$$

das ist ziemlich genau die Absorption von 1 W in 1 cm^2 .

Die empirische Formel von Katz und Penfold /29/ für die Reichweite schneller Elektronen in Materie

$$(26) \quad R = 412 \cdot E^{(1.265 - 0.0954 \ln E)} \text{ mg/cm}^2 \quad (E \text{ in MeV})$$

liefert für 2.5 MeV-Elektronen den Wert $R = 1212 \text{ mg/cm}^2$. In Ni-Be mit einer Dichte von 8.1 g/cm^3 ergibt dies eine Eindringtiefe von 0.150 cm, in Aluminium wegen der geringeren Dichte den dreifachen Wert.

Die erhebliche Leistungsabsorption von 1 W in 1 cm^2 der Folie schliesst die Möglichkeit aus, die Bestrahlungen im Vakuum durchzuführen, weil durch radiale Wärmeleitung keine ausreichende Kühlung erreicht werden kann. Deshalb wurde folgende Konzeption für die Bestrahlung entwickelt:

- a) Der Elektronenstrahl wird auf einen Durchmesser von mindestens 1 cm defokussiert.
- b) Er tritt durch ein dünnes Aluminiumfenster (100 μm) aus dem Strahlrohr aus und wird mit Hilfe einer Blende auf einen Querschnitt reduziert, der etwas grösser ist als die verwendete Probengrösse. Dadurch wird die Probe vollständig und weitgehend gleichmässig durchstrahlt.
- c) Sie befindet sich in gutem thermischem Kontakt zwischen zwei Metallfolien, die selbst wieder in Metallringe eingespannt sind.
- d) Diese Ringe tragen Heizwicklungen; die ganze Anordnung wird durch einen kräftigen, tangential an beiden Seiten vorbeistreichenden Luftstrahl gekühlt.
- e) Die gewünschte Bestrahlungstemperatur lässt sich als Gleichgewichtswert von Heizung (durch Elektronenstrahlung und Heizwicklungen) und Kühlung (durch Zwangskonvektion) einstellen.
- f) Ihre Messung erfolgt durch dünne Thermokontakte, die auf einer der beiden Abdeckfolien angebracht sind.
- g) Der die beschriebene Anordnung durchsetzende Elektronenstrahl trifft auf einen gekühlten Auffänger, in welchem die Abbremsung durch einen Satz hintereinander angebrachter Metallfolien schrittweise erfolgt. Dadurch wird Rückstreuung weitgehend vermieden.

- h) Die Strahlstromstärke ist gleich der Summe aus den Strömen, die über den Probenhalter und den Elektronenauffänger abfließen.
- 1) Die Stromdichte lässt sich ermitteln, wenn man an Stelle der Folie ein Stück Photopapier anbringt und die Fläche des sich bei Bestrahlung abzeichnenden Kreises bestimmt.

3.3. Ausführung der Bestrahlungsapparatur

3.3.1 Beschleuniger

Die Bestrahlungsexperimente wurden durchgeführt am Van-de-Graaff-Elektronenbeschleuniger KS 3000 der Gesellschaft für Umwelt- und Strahlenforschung in Neuherberg bei München. Abb. 20 zeigt schematisch seinen Aufbau.

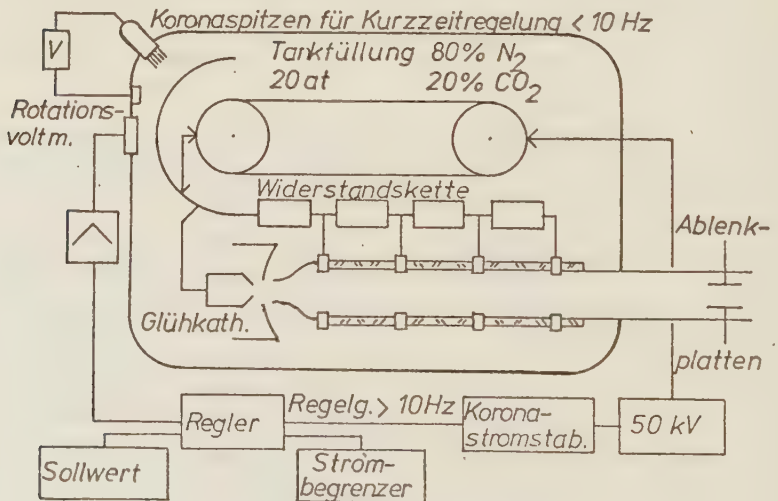


Abb. 20 : Elektronenbeschleuniger KS 3000

Seine Beschleunigungsspannung reicht von 0.3 bis 3 MeV, der Strahlstrom lässt sich von 0.01 bis 1 mA variieren. Der

Strahlfokus ist in weiten Grenzen veränderlich, die Position des Auftreffpunkts durch ein Ablenkssystem einstellbar.

3.3.2. Austrittsfenster mit Strahlblende

Abb. 21 zeigt den Abschluss des Beschleunigerrohrs durch ein Austrittsfenster.

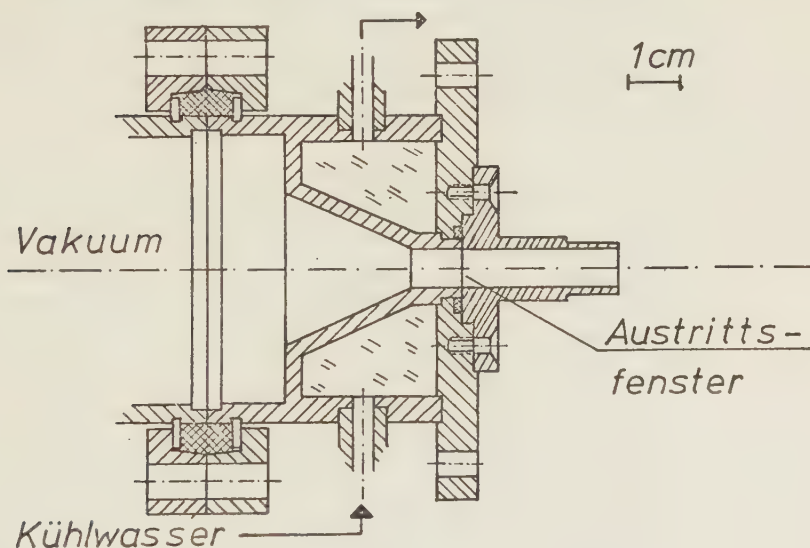


Abb. 21 Strahlaustrittsfenster

Eine 0.1 mm starke Alu-Scheibe verschloss die Bohrung eines Flansches. Der Andruck erfolgte mit Hilfe eines zweiten Flansches, der gleichzeitig als Strahlblende diente. Wegen des zu erwartenden hohen γ -Flusses wurde Indium als Dichtmaterial verwendet. Die ganze Vorrichtung konnte mit Wasser gekühlt werden, um die Wärmebelastung des Fenster zu verringern.

3.3.3. Probenhalter

Das Unterteil des Probenhalters (Abb. 22) bestand aus zwei Duralscheiben, von denen die eine in der Mitte durchbohrt war, während die andere an derselben Stelle so tief ausgefräst war, dass nur noch eine dünne, gewölbte Haut stehen blieb. Sie bildete die Unterlage für die Probe. Die einander zugewandten Oberflächen der Scheiben trugen genau gegenüberliegend ringförmige Nute zur Aufnahme mehrerer Schleifen eines 1 mm dicken Koaxial-Heizleiters. Durch Zusammenschrauben der beiden Scheiben wurde der eingelegte Heizdraht fixiert und thermischer Kontakt hergestellt.

Das Oberteil des Probenhalters war ein Einsatz aus Kupfer, der genau in die Vertiefung des Unterteils passte. Auch er besass eine Heizleiter-Windung, die hart in eine Nut eingelötet war. In der Mitte befand sich eine reduzierte Bohrung für den Durchtritt des Strahls. Sie wurde durch eine nur 20 μm starke, mit Hilfe von Isolierlack angeklebte Kupferfolie verschlossen.

Durch Einbringen des Einsatzes in die Bohrung des Unterteils kamen die beiden abschliessenden Folien unter leichtem An- druck aufeinander zu liegen. Dazwischen wurde die zu bestrahlende Probe (durch Aufschwemmen mit Azeton) gebracht. Die dem Strahl zugewandte Kupferfolie trug die Thermokontakte zur Temperaturbestimmung auch während der Bestrahlung. Sie bestanden aus einem Kupfer- und drei Konstantanstreifen, die aus entsprechenden Thermodrähten durch Auswalzen auf ca. 10 bis 15 μm Dicke gewonnen wurden. Nach kurzer Reinigung im Dampf konzentrierter Salzsäure konnten sie mit Hilfe eines kleinen Punktschweissgeräts auf der Kupferfolie befestigt werden, und zwar der Kupfer- und ein Konstantananschluss ausserhalb des vom Strahl getroffenen Bereichs, die beiden anderen Konstantananschlüsse an zwei verschiedenen Stellen innerhalb. Dadurch war es möglich, den radialen Temperatur-

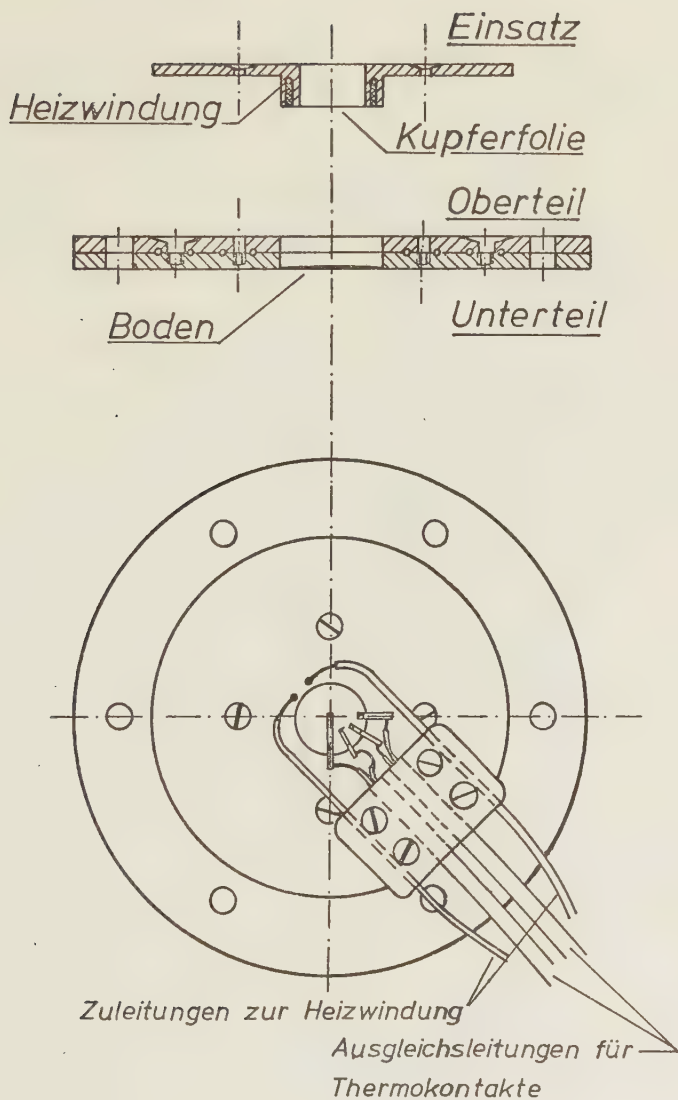


Abb. 22 : Probenhalter

gradienten bei Bestrahlung festzustellen. Die Thermodrähte wurden isoliert (mit Hilfe von Isolierlack, Glimmer und Drehporzellan) an den Rand des Einsatzes geführt und dort mit Ausgleichsleitungen verbunden. Die Vergleichsstellen befanden sich in einem Thermostaten. Ein Punktdrucker registrierte fortlaufend alle Temperaturwerte.

Der Probenhalter war elektrisch isoliert am Flansch des Austrittsfensters befestigt.

3.3.4. Windkanal und Strahlauffänger

Für eine wirksame Kühlung durch Zwangskonvektion war der Probenhalter vollständig von einem Windkanal (Abb. 23) umgeben. Über ein Kunststoffrohr als isolierendes Verbindungsstück war er an ein starkes Luftgebläse angeschlossen. Durch eine verstellbare Klappe zwischen Gebläse und Probenhalter konnte der Luftstrom stufenlos abgeschwächt werden.

Unmittelbar hinter dem Probenhalter (in Strahlrichtung gesehen) befand sich eine Öffnung, durch die dieser zum Zweck des Probenwechsels entfernt werden konnte. Während der Bestrahlung war die Öffnung durch den ausschwenkbaren Strahlauffänger verschlossen. Er bestand aus einer 10 mm dicken Kupferplatte, auf die ein Satz von fünf Al-Ringen geschraubt war. Die Ringe dienten als Abstandhalter für die dazwischengeklebten Metallfolien, in denen der auftreffende Elektronenstrahl schrittweise abgebremst wurde. Er durchsetzte der Reihe nach zwei Al-Folien und eine Cu-Folie von je 0.1 mm Dicke sowie zwei 0.2 mm starke Cu-Folien, bevor er in der Kupferplatte vollständig absorbiert wurde. Zur Ableitung der dabei entstehenden Wärme (bis zu 500 W) war die Grundplatte von Längsbohrungen durchzogen und an den Kühlwasser-Kreislauf angeschlossen. Ebenso wie der Probenhalter war sie zur Strahlstrommessung über ein Galvanometer mit Erde verbunden.

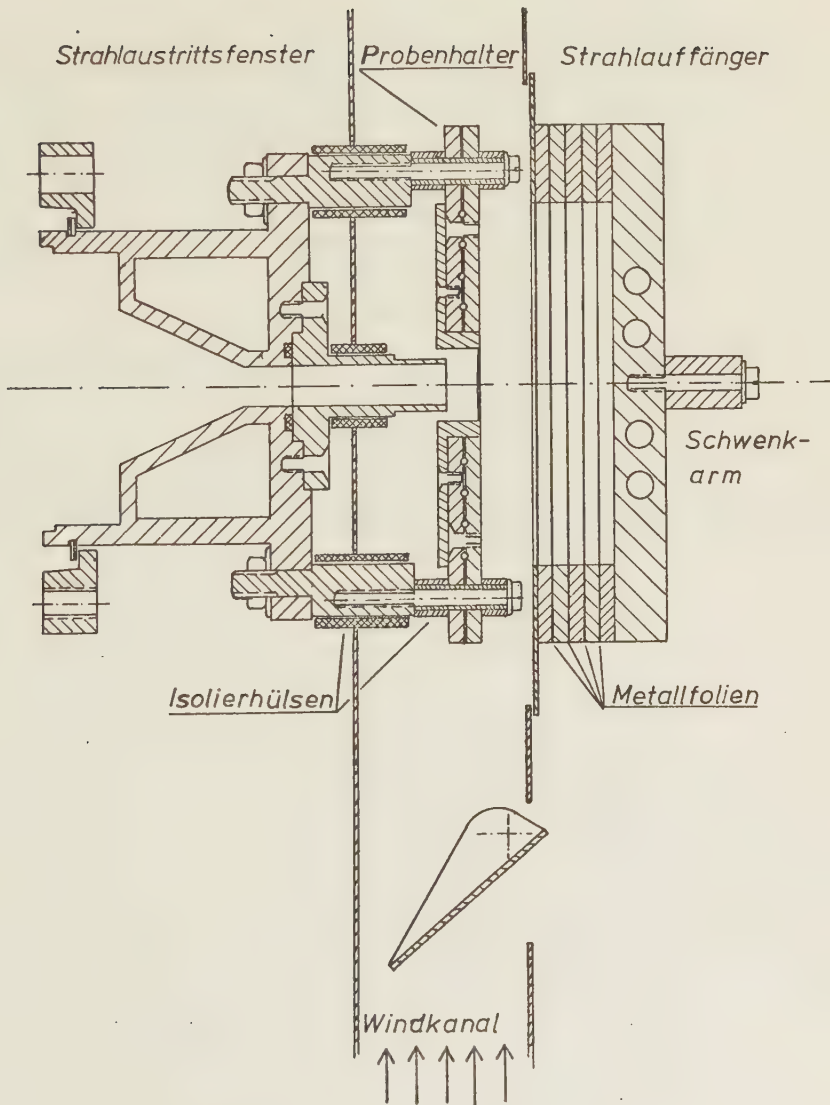


Abb. 23 : Windkanal mit Strahlauffänger

3.3.5. Funktionskontrolle der Bestrahlungsapparatur

Da genau in Vorwärtsrichtung des Beschleunigers bestrahlt wurde, bestand die Justierung darin, den aufgeweiteten Brennfleck mit dem Ort der Probe zur Deckung zu bringen. Das geschah sowohl mechanisch durch Stellschrauben als auch elektrisch durch ein Ablenkssystem. Die Kontrolle erfolgte über zwei Blenden innerhalb des Beschleunigungsrohrs, das Strahlaustrittsfenster und ein Photopapier am Ort der Probe. Darauf liess sich die zentrale Lage des Strahls, sein Durchmesser und der Grad seiner Homogenität erkennen.

Bei normaler Stellung von Austrittsblende und Target betrug der Durchmesser der durchstrahlten Fläche 9.0 ± 0.2 mm. Das Bild auf dem Photopapier zeigte zwischen Mitte und Rand keinen erkennbaren Schwärzungsunterschied. Durch Verändern des Abstandes Austrittsblende - Target liess sich die Grösse der durchstrahlten Fläche variieren. Die Strahlstromänderung erfolgte dazu linear. Das bedeutet bei Berücksichtigung der Unsicherheit in der Flächenbestimmung von $\pm 5\%$ eine Stromdichtekonstanz innerhalb der durchstrahlten Fläche besser als 10% . Das zur Strommessung verwendete Lichtmarkengalvanometer stellte keine nennenswerte Fehlerquelle dar, so dass die für die Flächenbestimmung ermittelte Unsicherheit von 5% auch für die Stromdichte selbst gelten kann. Für alle verwendeten Strahlströme war die relative Verteilung auf Blenden, Fenster, Target und Auffänger dieselbe, was auf ein stromstärkeunabhängiges Strahlprofil schliessen lässt.

Die am Beschleuniger eingestellte Spannung war auf 1% genau; das sind bei 2.5 MeV gerade 25 keV. In derselben Grössenordnung liegt der Energieverlust, den die Elektronen beim Durchgang durch Al-Fenster, Luftstrecke und Cu-Abdeckfolie erleiden, ehe sie auf die Ni-Be-Probe treffen. Die daraus resultierende Verringerung des Verlagerungsquerschnitts ist zu vernachlässigen.

Die Regelung der Bestrahlungstemperatur erfolgte mit der in den Probenhalter eingebauten Heizung, die maximal 200 W leistete. Durch eine zusätzliche Heizschleife in unmittelbarer Probennähe konnte der radiale Temperaturgradient innerhalb der durchstrahlten Fläche minimalisiert werden. Der Unterschied zwischen Flächenmitte und -rand betrug bei $200 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ und hoher Temperatur (200°C) $+ 5^\circ\text{C}$. Bei kleineren Bestrahlungsparametern war er entsprechend geringer. Die niedrigste erreichbare Temperatur betrug bei der Stromdichte $200 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ knapp 120°C ; bei $100 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ lag sie bereits unter 100°C .

Die Eichung der Kupfer-Konstantan-Thermopaare ergab, dass die angezeigten Spannungen sehr nahe bei den Tabellenwerten lagen; bei 200°C machte die Abweichung $0,3^\circ\text{C}$ (nach oben) aus. Die Temperaturwerte der Meßstellen Folienmitte, Folienrand und unbestrahltes Gebiet wurden fortlaufend von einem 12-Punkte-Kompensationsdrucker aufgezeichnet. Messunsicherheit und Regelschwankungen führten dabei auf eine Temperaturkonstanz während Bestrahlung von $\pm 1^\circ\text{C}$.

3.4. Bestrahlungsprogramm

Aus dem als $5.3 \mu\text{m}$ dicke Folie vorliegenden Ausgangsmaterial wurden die einzelnen Proben mit einer Rasierklinge herausgeschnitten (Stanzen erwies sich wegen der Zähigkeit des Materials als nicht geeignet). Form und Grösse richteten sich nach den Anforderungen sowohl der Bestrahlungs- als auch der Messapparatur. Die Proben erhielten die Gestalt eines regulären Sechsecks mit 8.0 mm doppelte Seitenlänge (= maximaler Durchmesser). Sie wurden einzeln zwischen den Blättern eines alphabetischen Registers aufbewahrt und durch die zugehörigen Buchstaben unterschieden. Die Handhabung geschah mit einer Briefmarkenpinzette mit magnetischen Spitzen, wodurch übermässige mechanische Beanspruchung vermieden werden konnte.

Eine thermische Vorbehandlung der Proben sollte einerseits verhindern, dass die Messergebnisse durch die Wirkung mobiler Gitterdefekte oder lokaler Unregelmässigkeiten in der Zusammensetzung verfälscht werden, andererseits gewährleisten, dass möglichst gleiche Ausgangszustände vorliegen. Dazu wurde eine sechsstündige Temperung im Vakuumofen bei $320 \pm 0.5^\circ\text{C}$ durchgeführt. Um ein Verflüchtigen des Berylliums zu vermeiden, lagen die Folien zwischen Metallplatten. Die Aufnahme einer 320°C -Isotherme von insgesamt 64.5 h Dauer (Probe LM) sollte dem genaueren Studium der Kinetik thermischer Diffusion dienen.

Mit Hilfe des Bestrahlungsprogramms soll die Absicht verwirklicht werden, die Abhängigkeit der strahlungsverstärkten Diffusion von den Parametern Teilchenstromdichte, Dosis und Temperatur zu ermitteln. Bei den drei Stromdichtewerten 50 , 100 und $200 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ wurden Bestrahlungstemperaturen zwischen 120 und 200°C eingestellt. Die Temperaturen liegen in einem Bereich, in dem die thermische Energie allein nicht ausreicht, um einen Diffusionsvorgang zu aktivieren; ein solcher kann also nur während der eigentlichen Bestrahlung ablaufen.

Die folgende Übersicht zeigt die für die einzelnen Proben (durch kleine Buchstaben gekennzeichnet) gültigen Bestrahlungsdaten sowie ihre Gesamtbestrahlungszeit. Diese war in einzelne Abschnitte mit Längen zwischen 0.25 und 4.5 h unterteilt, an deren Beginn und Ende jeweils der Probenzustand gemessen wurde.

Bestrahlungs- temp. in °C	Stromdichte in $\mu\text{A}/\text{cm}^2$		
	50	100	200
120		o : 21.75 h	
140	f : 19.5 h	t : 16.0 h	g : 4.25 h
160		s : 28.5 h	
180	v : 39.3 h	r : 40.75 h	n : 18.75 h
200		q : 26.0 h	

4. AUSWERTUNG

4.1. Messergebnisse

Im Anhang 6.1 sind die im Verlauf der Bestrahlungsexperimente erhaltenen $M(T)$ -Kurven der einzelnen Proben wiedergegeben. Eine qualitative Analyse zeigt folgendes Verhalten mit steigender Bestrahlungsdosis:

- a) Der Absolutwert der Sättigungsmagnetisierung bei einer bestimmten Temperatur (z.B. Raumtemperatur) steigt an.
- b) Das Verschwinden der Magnetisierung findet bei immer höheren Temperaturwerten statt, d.h. der effektive Curiepunkt steigt an.
- c) Gleichzeitig wird der Abfall der Magnetisierungskurve in der Umgebung des Curiepunkts immer flacher.

Daraus lassen sich aufgrund des Zusammenhangs zwischen Be-Konzentration und magnetischen Eigenschaften einige Schlussfolgerungen über den Entmischungsvorgang bei Bestrahlung ziehen:

- a) Der übersättigte, ursprünglich homogene Mischkristall verarmt an Be. Das geschieht durch einen Diffusionsvorgang, in dessen Verlauf sich ein Konzentrationsprofil ausbildet; darauf deutet das Flacherwerden der $M(T)$ -Kurve hin.
- b) Das aus dem ferromagnetischen Mischkristall herausdiffundierende Beryllium bildet eine neue Phase, die nicht magnetisch ist und demzufolge in den Messkurven nicht in Erscheinung tritt. Nach dem Phasendiagramm sollte es sich um die intermetallische Verbindung BeNi handeln.
- c) Der Ni-reiche α -Mischkristall, der sich bei thermischer Entmischung im Temperaturgebiet unterhalb von ca. 500°C von Anfang an bildet /17/, ist nach Bestrahlung nicht nachweisbar (sein Curiepunkt läge knapp oberhalb 300°C). Sein Auftreten dürfte vielmehr die Beendigung des Entmischungsvorgangs anzeigen.

4.2. Grundlagen der magnetischen Analyse

Zur quantitativen Auswertung der Aenderung der Magnetisierungskurven mit der Bestrahlung unter verschiedenen Bedingungen wurde ein verfeinertes Verfahren der magnetischen Analyse entwickelt. Ihm liegen folgende Annahmen zugrunde (siehe dazu: /18/ Kap. 10.2.3 bis .5 und /19/ Kap. IV):

- a) Die $M_s(T)$ -Kurven aller homogenen Ni-Be-Legierungen sind einander geometrisch ähnlich und lassen sich durch Normierung ($M(T) \rightarrow M(T)/M(0)$; $T \rightarrow T/T_c$) miteinander und mit derjenigen von reinem Nickel zur Deckung bringen. Unterschiede bestehen für die verschiedenen Konzentrationen also nur in den Absolutwerten der Magnetisierung bei 0 K ($M_0(c)$) und der Curietemperatur $T_c(c)$.
- b) Liegt in einer Probe vom Volumen V, die aus einer ferromagnetischen Legierung besteht, eine Konzentrationsverteilung zwischen den Werten 0 und c_0 vor und ist die Magnetisierung eine Funktion der Konzentration, dann lässt sich eine mittlere Magnetisierung definieren gemäss

$$(27) \quad \bar{M} = \frac{1}{V} \int_0^{c_0} M(c) \frac{dV}{dc} dc.$$

Das magnetische Moment der Probe wird damit

$$(28) \quad \mu(T) = \bar{M} \cdot V = \int_0^{c_0} M(c, T) \frac{dV(c)}{dc} dc$$

Die linke Seite von (28) stellt den Verlauf der Messkurve dar. Nach Gl. (8) lässt sich aus $M(c, T)$ die Temperaturabhängigkeit abspalten:

$$(29) \quad M(c, T) = M_0(c) \cdot F(T/T_c(c)) ;$$

dabei bedeutet $F(T/T_c)$ die Normalkurve, z.B. von reinem Nickel (Abb. 24).

M_o und T_c nehmen in Ni-Be mit steigender Be-Konzentration c_{Be} linear ab (Abb. 5). Es gilt

$$(30) \quad M_o(c) = 512\,640 - 17\,088 \cdot c_{Be} \quad (A/m)$$

$$(31) \quad T_c(c) = 631.4 - 22.0 \cdot c_{Be} \quad (K)$$

(c_{Be} reicht von 0 bis 15.3 Atom-%).

Der zweite Ausdruck im Integranden von (28), nämlich $dV(c)/dc$, gibt die Verteilung der Konzentrationen über das Probenvolumen an. Ziel der magnetischen Analyse ist es, aus der Messkurve $\mu(T)$ mit Hilfe des bekannten Zusammenhangs $M(c,T)$ die Konzentrationsverteilungskurve $dV(c)/dc$ des untersuchten Probenzustandes zu ermitteln.

4.3. Praktische Ausführung der magnetischen Analyse

4.3.1. Aufstellen eines linearen Gleichungssystems

Dazu wird der Differentialquotient dV/dc in einen Differenzenquotienten $\Delta V / \Delta c$ überführt, wodurch aus dem Integral von (28) eine Summe wird. Δc geht aus der Einteilung des gesamten Bereichs der ferromagnetischen Be-Konzentration in n gleiche Intervalle hervor. Der i -te Abschnitt mit dem Schwerpunkt c_i umfasst alle Konzentrationswerte c_{Be} , für die gilt:

$$c_i - \frac{1}{2} \Delta c < c_{Be} \leq c_i + \frac{1}{2} \Delta c \quad (i = 1 \dots n).$$

Es beansprucht das Teilvolumen $\Delta V(c_i) = \Delta V_i$ des gesamten Probenvolumens V . Unter Berücksichtigung von (29) erhält (28) damit die Gestalt

$$(28) \quad \mu(T) = \sum_{i=1}^n M_o(c_i) \cdot F(T/T_c(c_i)) \Delta V_i.$$

Durch Anwendung dieser Gleichung auf n Probenmomente μ , die bei n verschiedenen Messtemperaturen T_k gewonnen wurden, entsteht daraus ein lineares Gleichungssystem n-ter Ordnung:

$$(32) \quad \sum_{i=1}^n M_O(c_i) F(T_k/T_C(c_i)) \cdot \Delta V_i = \mu(T_k)$$

$$(k = 1 \dots n).$$

Die Gleichungsmatrix $M(c_i, T_k) = M_O(c_i) \cdot F(T_k/T_C(c_i))$ enthält die Konzentrationsabhängigkeit von Curiepunkt und Magnetisierung (Gln. (31) und (30)) sowie den Temperaturverlauf der letzteren. Dieser soll nach Voraussetzung für alle Konzentrationen ähnlich sein und sich durch die Funktion $F(T/T_C)$ beschreiben lassen, die aus der $M_S(T)$ -Kurve von reinem Nickel gewonnen werden kann (Abb. 24 ; sie wurde an einer 6 μ m dicken Folie gemessen und mit Werten aus /20/ bis 0 K ergänzt).

Die Werte des Probenmoments, die die rechte Seite des Gleichungssystems bilden, werden der Messkurve bei n verschiedenen Temperaturen entnommen. Die Lösung von (32) liefert dann die Grösse der Teilvolumina ΔV_i , die von den Konzentrationsintervallen um c_i eingenommen werden.

Die Grösse von Δc geht nicht direkt in die Rechnung ein. Demzufolge muss das Ergebnis unabhängig von der speziellen Wahl von Δc sein. Man kann zeigen, dass diese Forderung für einen Wert $\Delta c = 0.1 \%$ erfüllt ist. Damit zerfällt der Bereich der Be-Konzentration von 15.3 % bis 0 % in 153 Intervalle. Die Nummerierung beginnt beim Intervall mit der höchsten Konzentration ($c_1 = 15.25 \%$ mit den magnetischen Werten $M_O(c_1) = 252\,048.0 \text{ A/m}$ und $T_C(c_1) = 295.9 \text{ K} = 22.7^\circ \text{C}$). Das 153. Intervall ist gekennzeichnet durch die Werte $c_{153} = 0.05 \%$, $M_O(c_{153}) = 511\,785.6 \text{ A/m}$, $T_C(c_{153}) = 630.3 \text{ K}$.

Diesen 153 Konzentrationen c_i sind ebensoviele Curiepunkte $T_C(c_i)$ eindeutig zugeordnet. Für die Messtemperaturen T_k wird zweck-

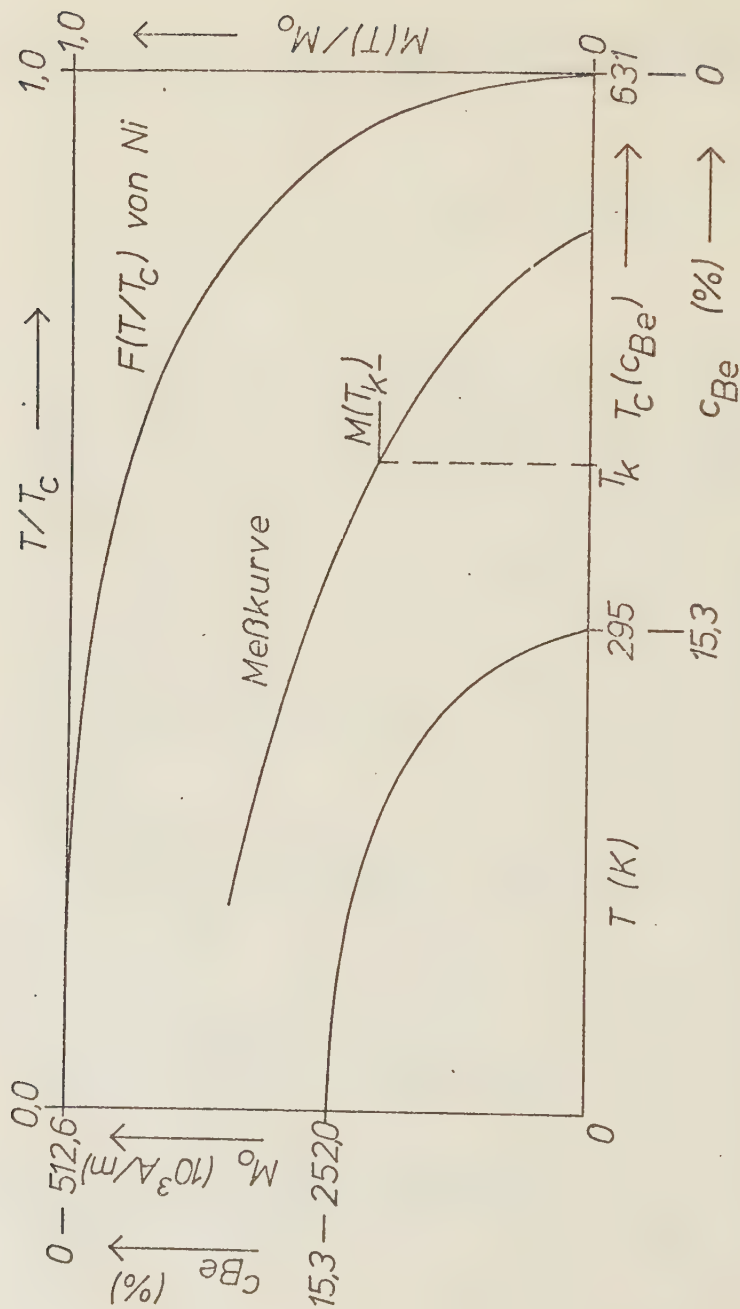


Abb. 24 : $M_s(T)$ -Kurve von Nickel und Messkurven-Analyse.

mässig ein fester Satz von 153 Werten gewählt, der sich vom Satz der Curietemperaturen nur dadurch unterscheidet, dass er gegenüber diesem um eine Schrittweite ($= 22.0 \cdot 0.1 = 2.20^{\circ}\text{C}$) zu kleineren Werten hin versetzt ist.

Kommt nur die Konzentration c_1 vor, deren Curiepunkt bei $T_c(c_1) = 295.9 \text{ K}$ liegt, dann wird die Magnetisierung bei $T_1 = 295.9 - 2.2 = 293.7 \text{ K}$ gemessen und liefert $M(T_1)$.

4.3.2 Gewinnung der Koeffizienten der Gleichungsmatrix

Die Koeffizienten der k -ten Zeile der Gleichungsmatrix erhält man dadurch, dass man für die festgehaltene Messtemperatur T_k das Verhältnis $T_k/T_c(c_i)$ für alle c_i bildet, mit den erhaltenen Werten als Abszisse in die normierte $M_s(T)$ -Kurve von Nickel eingeht und die zugehörigen Ordinatenwerte $F(T_k/T_c(c_i))$ abliest. Diese ergeben, mit der konzentrationsabhängigen Magnetisierung $M_0(c_i)$ multipliziert, die gesuchten Matrixelemente $M(c_i, T_k)$. Dabei sind alle diejenigen Elemente gleich Null, die zu $T_1/T_c(c_i)$ -Werten ≥ 1 gehören. Weil also für alle $T_c(c_i) \leq T_k$ die zugehörigen Elemente verschwinden (diese Konzentrationen leisten wegen Überschreitens des Curiepunkts bei T_k keinen Beitrag zum magnetischen Moment), hat die Gleichungsmatrix von vornherein Dreiecksform, d.h. alle Elemente unterhalb der Hauptdiagonalen sind gleich Null. Dadurch wird die Lösung des Systems besonders einfach, denn die letzte Gleichung enthält nur eine Unbekannte (ΔV_n), die vorletzte diese und eine weitere (ΔV_{n-1}) usw. Eine zusätzliche Vereinfachung ergibt sich daraus, dass es genügt, bei der Betrachtung der Konzentrationsintervalle nur so weit zu gehen, wie bei den zugehörigen Curietemperaturen noch von Null verschiedene Magnetisierungswerte vorliegen, d.h. der effektive Curiepunkt noch nicht überschritten ist. Dadurch reduziert sich die Ordnung des Gleichungssystems. Sie ist dann allerdings immer noch so gross (> 30), dass nur eine Lösung mit einer elektronischen Rechenanlage in Frage kommt.

4.3.3. Gewinnung der Koeffizienten der rechten Seite

Auf der rechten Seite des Gleichungssystems stehen die magnetischen Momente der untersuchten Probe bei den n Messtemperaturen T_k . Sie gehen aus den in mm gemessenen Amplituden A der Messkurve unter Verwendung der Absoluteichung der Apparatur (Abschnitt 2.4.7) hervor. Ein Faktor β vermittelt den Zusammenhang zwischen Schreiberausschlag in Y-Richtung und Eingangsspannung U_{eff} :

$$A = \beta \cdot U_{\text{eff}}.$$

Mit $U_{\text{eff}} = K \cdot q_{\text{pr}} \cdot \bar{M}$ nach Gl. (13) und

$$\mu = \bar{M} \cdot V_{\text{pr}} = \bar{M} \cdot m_{\text{pr}} / \rho \quad \text{wird schliesslich}$$

$$(33) \quad \mu(T) = \frac{1}{\rho \cdot d \cdot K \cdot \beta} \cdot \frac{m_{\text{pr}}}{b_{\text{pr}}} \cdot A(T)$$

(d = Probendicke, b_{pr} = Probenbreite quer zum Magnetfeld, $d \cdot b_{\text{pr}} = q_{\text{pr}}$).

Weil die Lösung des Gleichungssystems, die Verteilungskurve dV/dc , im wesentlichen von der Ableitung dA/dT abhängt, müssen die erhaltenen Werte $A(T_k)$ noch geglättet werden, damit nicht zufällige lokale Schwankungen das Ergebnis verfälschen. Diese Glättung geschieht mittels kubischer Spline-Funktionen /30/: das Gebiet zwischen je zwei Messpunkten wird durch eine Parabel dritten Grades beschrieben. An den Anschlussstellen gehen die Funktionen sowie ihre ersten und zweiten Ableitungen stetig ineinander über. Die Glättungskurve geht nicht genau durch die Messpunkte; die Abweichungen werden durch vorgegebene Schwankungsbreiten Δy_k begrenzt, die mit dem Messfehler im Verlauf einer Kurvenaufzeichnung übereinstimmen. Dieser beträgt $\pm (1.0 \pm 0.01 \cdot y)$ mm für einen Messwert der Grösse y (der feste Betrag ± 1.0 ergibt sich aus der Über-

lagerung der Einstellunsicherheit des Schreibers bei Messung je einer Kurve mit und ohne Probe, der messwertabhängige Anteil rührt von der Ungenauigkeit im Messgerät- und Schreiber-ausschlag her). Ihren endgültigen Verlauf erhält die Glättungskurve durch die Forderung, dass ihre über den gesamten Bereich genommene Krümmung ein Minimum darstellen soll.

4.3.4 Lösung durch Computer-Programm

Zur Lösung des Gleichungssystems wurde das in Anhang 6.2 wiedergegebene Computer-Programm erstellt. Es ist in ALGOL 60 geschrieben und wurde am System TR 440 des Leibniz-Rechenzentrums München gerechnet. Seine wesentlichen Funktionen sind:

- a) Ermittlung der Matrix $F(T_k/T_c(c_i))$ aus den Eingabedaten der Magnetisierungskurve von Nickel und dem festen Satz der Messtemperaturen.
- b) Glättung der Eingabedaten der Messkurve mit Hilfe des Bibliotheksprogramms SMOOTH, Umrechnung auf magnetische Momente und Darstellung in einem Diagramm $\mu(T)$.
- c) Lösen des linearen Gleichungssystems; Darstellung der Ergebnisse in einem Diagramm $\Delta V_i(c_i)$.
- d) Aufsummation der Teilvolumina ΔV_i zum magnetisch wirksamen Probenvolumen V_m .
- e) Aufsummation der in den Teilvolumina enthaltenen Be-Atomzahlen $\Delta N_{Be}(c_i) = \Delta V_i \cdot c_i$ zur Gesamtzahl N_m der Be-Atome in V_m .

Daraus lässt sich die dem untersuchten Probenzustand entsprechende mittlere Be-Konzentration $\bar{c}_{Be}$ errechnen:

$$(34) \quad \bar{c}_{Be} = N_m/V_m \quad (\text{Atom-\%}).$$

4.4 Ergebnisse der magnetischen Analyse

Der Anhang 6.3 enthält die Ergebnisse der magnetischen Analyse in Form der Konzentrationsverteilungskurven, wie sie unmittelbar von der Rechenanlage erstellt wurden. Das erste Diagramm (6.3.1) gibt die Auswertung der im Verlauf der 320°C-Temperatur gewonnenen Magnetisierungskurven wieder, die weiteren neun Kurvenblätter (6.3.2 bis 6.3.10) zeigen die Ergebnisse für die unter neun verschiedenen Bedingungen bestrahlten Proben nach verschiedenen Expositionszeiten. Die Abszisse beginnt links mit der höchsten Be-Konzentration (15.25 %); sie weist also nach rechts in Richtung zunehmender Entmischung!

Die Verteilungsfunktion dV/dc hat die Gestalt einer Glockenkurve, die sich bei Bestrahlung unter steter Aenderung ihrer Form und Grösse in Richtung kleinerer Konzentrationen verschiebt. Ein Vergleich zwischen den einzelnen Diagrammen zeigt, dass die Ausgangszustände der Proben ($t = 0$ h) zwar nicht völlig einheitlich waren, aber doch nahe beieinander lagen und eine ähnliche Verteilungsfunktion aufwiesen: übereinstimmend ist die Kurvenflanke zu höheren Konzentrationen hin deutlich steiler als zu tieferen. Durch Bestrahlen ändert sich diese Verteilung in charakteristischer Weise. Der Schwerpunkt $c_{\max}$ (= Konzentration mit dem grössten Volumenanteil $\Delta V_{\max}$) verschiebt sich zu kleineren Konzentrationen; dabei verringert sich der Betrag seines Volumenanteils $\Delta V_{\max}$. Gleichzeitig verbreitert sich die Verteilung dadurch, dass sich die steilere Flanke immer mehr verflacht. Dieses Verhalten hört auf, sobald ein symmetrischer Kurvenverlauf erreicht wird. Er ist gekennzeichnet durch ein minimales $\Delta V_{\max}$ bei maximaler Halbwertsbreite. Weitere Bestrahlung erhöht und verengt die Kurve wieder, wobei nun die zu kleineren Konzentrationen hin abfallende Flanke infolge sich verlangsamer Bewegung steiler wird. Der Flächeninhalt unter der Kurve, der ein Maß für die Anzahl N_m der Be-Atome in den magnetisch wirksamen Bereichen darstellt, wird dabei stetig kleiner, wie Abb. 25

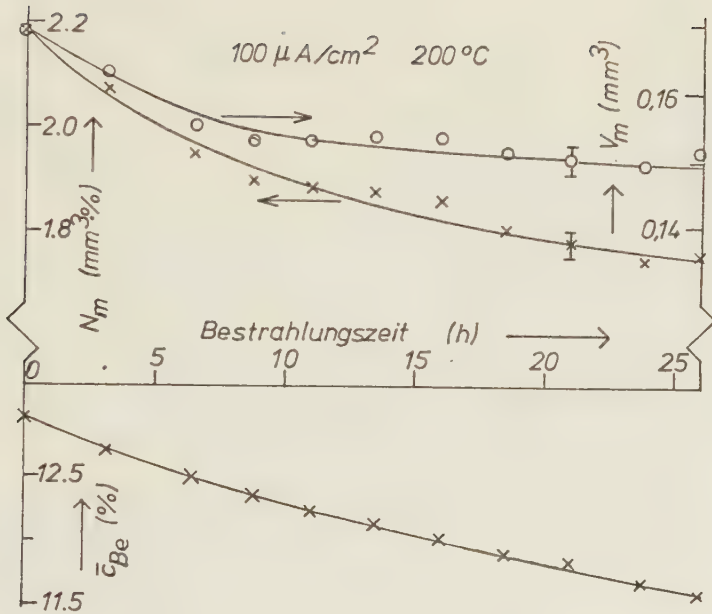


Abb. 25 : N_m , V_m und $\bar{c}_{Be}$ als Funktion der Bestrahlungsdosis

als Beispiel zeigt. Das magnetische Volumen V_m verringert sich nicht in demselben Maße; das hat eine fortwährende Abnahme der mittleren Be-Konzentration $\bar{c}_{Be}$ zur Folge.

Die erhaltenen Ergebnisse erlauben es auch, die zeitliche Entwicklung des Teilvolumens eines bestimmten Konzentrationsintervalls zu verfolgen (Abb. 26). Liegt es oberhalb des Schwerpunkts der Anfangsverteilung (z.B. 13.25 %), so nimmt sein Anteil dauernd ab; liegt es dagegen darunter (z.B. 12.25 oder 11.25 %), dann steigt ΔV_i erst zu einem Maximum an (die be-

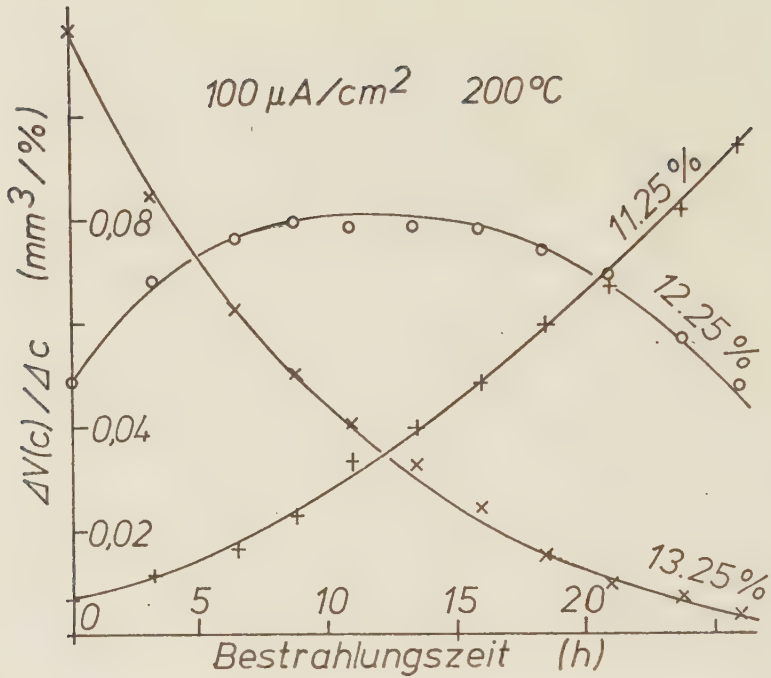


Abb. 26 : Zeitliche Entwicklung der Volumenanteile einiger Konzentrationsintervalle.

trachtete Konzentration c_1 bildet zu diesem Zeitpunkt selbst den Schwerpunkt der Verteilung), ehe es wieder abfällt.

5. DISKUSSION

5.1 Thermische Ausscheidungskurve

Für die Untersuchung der Ausscheidungskinetik des Berylliums in Ni - 14.3 % Be sind Angaben über Geometrie und Abmessungen des Probengefüges erforderlich. Sie lassen sich aus dem Verhalten bei der isothermen Wärmebehandlung gewinnen, weil dabei der Diffusionskoeffizient örtlich konstant ist und daher das Zeitverhalten der Ausscheidung einfach beschrieben werden kann.

Es werden die beiden Grenzfälle der Ausscheidung an parallelen Platten einerseits und in einer Kugeloberfläche andererseits untersucht und der theoretische Verlauf mit der gemessenen thermischen Entmischungskurve verglichen.

I. Die Ausscheidung einer ursprünglich mit der Konzentration c_0 vorliegenden Substanz an zwei ebenen Flächen im Abstand $2L$ wird beschrieben durch

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D_{th} \frac{\partial^2 c}{\partial x^2} \quad \text{mit den Randbedingungen } c = 0$$

für $x = -L$ und $x = L$. Sie hat die Lösung

$$(35) \quad c(x, t) = \frac{4}{\pi} c_0 \sum_{n=0}^{\infty} \frac{(-1)^n}{2n+1} \cos(2n+1) \frac{\pi x}{2L} \exp(-(2n+1)^2 \pi^2 D_{th} t / 4L^2)$$

Der zeitliche Verlauf der mittleren Konzentration $\bar{c}$ ist gegeben durch

$$(36) \quad \bar{c}(t) = c_0 \left(1 - 2 \sqrt{\frac{D_{th} t}{\pi L^2}} + 4 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \operatorname{erfc} \frac{nL}{\sqrt{D_{th} t}} \right)$$

oder mit der Abkürzung $y^2 = D_{th} t / L^2$

$$(36') \quad \frac{\bar{c}(t)}{c_0} = 1 - \frac{2}{\sqrt{\pi}} \cdot y + 4y \cdot \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \operatorname{ierfc} \frac{n}{y}$$

Die Funktion $\operatorname{ierfc} \frac{n}{y}$ trägt nur für kleine Argumente, d.h. für grosses y und damit lange Zeiten etwas bei. Man erwartet also im Falle plattenförmiger Ausscheidungsflächen eine zu $\sqrt{t}$ proportionale Abnahme der mittleren Be-Konzentration.

Von einer isotherm behandelten Probe wurden nach verschiedenen Temperzeiten $M(T)$ -Kurven aufgenommen und daraus die Grössen V_m , N_m und als Quotient die mittlere Be-Konzentration $\bar{c}_{Be}$ gewonnen. Abb. 27 zeigt die Abnahme von $\bar{c}_{Be}$ während Temperung bei 320°C als Funktion von $\sqrt{t}$. Durch die Messpunkte lässt sich eine Gerade legen und mit Hilfe der Ausgleichsrechnung für $L/\sqrt{D_{th}}$ der Wert

$$L/\sqrt{D_{th}} = 6\,950 \pm 150 \text{ s}^{1/2} \quad \text{ermitteln.}$$

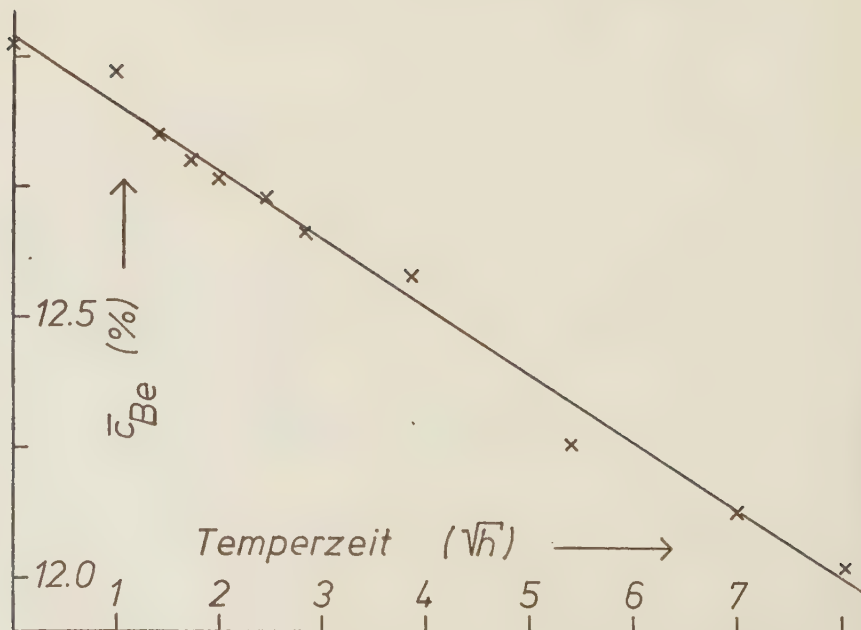


Abb. 27 : Isotherme Entmischung bei 320°C

II. Die Gleichung $\frac{\partial c}{\partial t} = D_{th} \left(\frac{\partial^2 c}{\partial r^2} + \frac{2}{r} \frac{\partial c}{\partial r} \right)$ beschreibt die Diffusion in einer Kugel, deren Oberfläche als Senke wirkt. Für die Anfangsbedingung $c(t=0) = c_0$ und die Randbedingung $c = 0$ für $r = R$ (= Kugelradius) lautet die Lösung

$$(37) \quad c(r, t) = -2c_0 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \frac{\sin n\pi r/R}{n\pi r/R} \exp(-n^2 \pi^2 D_{th} t/R^2).$$

Der zeitliche Verlauf der mittleren Konzentration folgt der Beziehung

$$(38) \quad \frac{\bar{c}(t)}{c_0} = 1 - \frac{6}{\sqrt{\pi}} y + 3 y^2 - 12 y \sum_{n=1}^{\infty} \operatorname{erfc} \frac{n}{y}$$

mit $y^2 = D_{th} t/R^2$. Auch hier leistet die Reihe der erfc erst für sehr lange Zeiten einen merklichen Beitrag.

In Abb. 28 sind die Funktionen (36) und (38) zum Vergleich über y aufgetragen. Man erkennt, dass für kleine Konzentrationsänderungen, d.h. kurze Diffusionszeiten, kaum ein Unterschied im zeitlichen Verlauf besteht. Das wurde dadurch erreicht, dass der Abszissenmasstab für die die Kugel beschreibende Funktion gegenüber dem Maßstab für Platten um den Faktor 3 gedehnt wurde.

Es überrascht deshalb keineswegs, dass sich bei einer maximalen Konzentrationsänderung $\Delta \bar{c}/c_0$ von 0.075 der Verlauf der 320°C-Isotherme ebensogut an Gl. (38) anpassen lässt und für den Kugelradius einen etwa dreimal so grossen Wert liefert, nämlich

$$R/\sqrt{D_{th}} = 21\,950 \pm 650 \text{ s}^{1/2}.$$

Der Faktor 3 ergibt sich auch aus der Forderung, dass — unabhängig von der speziellen Geometrie der Ausscheidungsflächen — ihr Gehalt O stets den gleichen Wert haben muss.

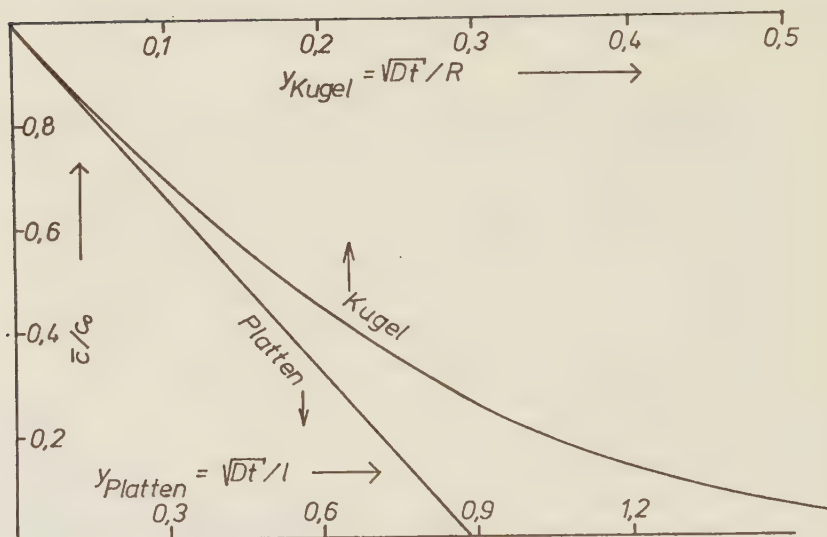


Abb. 28 : Theoretische Ausscheidungskurve für Platte und Kugel

Enthält eine Probe mit dem Volumen V insgesamt n Platten mit einer Fläche jeweils der Grösse o , so hat O_p den Wert

$$O_p = 2 n o \cdot$$

Für den Abstand $2L$ der parallelen Platten voneinander folgt wegen $V = 2L \cdot o \cdot n$ die Beziehung

$$L = \frac{V}{O_p} \cdot$$

Ist dagegen das Probenvolumen in m Kuben der Kantenlänge a eingeteilt, so gilt:

$$V = m a^3 \quad \text{und} \quad O_K = 6 m a^2, \quad \text{woraus folgt:}$$

$$a = 6 V / O_K .$$

Die Forderung $O_p = O_K$ bedeutet $a = 6L$ bzw. bei Übergang zur Kugel ($a \rightarrow 2 R$) : $R = 3 L$.

Das durch Anpassung gewonnene Verhältnis $R/L = 3.16$ ist nur wenig von 3 verschieden und zeigt damit, dass man ohne grossen Fehler die Diffusion in einem Kubus durch diejenige in einer Kugel annähern kann.

Für den Diffusionskoeffizienten in Ni-Be liegen nur Absolutmessungen von Grigoryev und Pavlinov /31/ im Temperaturgebiet $1000 - 1400^\circ\text{C}$ vor. Sie erhielten die Beziehung

$$(39) \quad D_{th}(T) = 1.9 \cdot 10^{-2} \exp (-2.00/kT) \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1} .$$

Das ergibt bei 320°C einen Wert von $2 \cdot 10^{-19} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$.

Der Plattenabstand erhält damit den Wert

$$(40) \quad 2 L = 2 \sqrt{D_{th}(320^\circ\text{C})} \cdot 6950 = (620 \pm 25) \cdot 10^{-8} \text{ cm}$$

und der Kugelradius R wird

$$(41) \quad R = \sqrt{D_{th}(320^\circ\text{C})} \cdot 21950 = (980 \pm 30) \cdot 10^{-8} \text{ cm} .$$

Die Entscheidung, ob die Ausscheidungsflächen platten- oder kugelförmigen Charakter haben, kann nur mit Hilfe einer isothermen Entmischungskurve mit hohem Ausscheidungsgrad getroffen werden. Da eine solche im Verlauf der zu besprechen-

Experimente nicht ausgeführt wurde, soll auf Ergebnisse von Baumgärtner, der am selben Ni-Be-Material gemessen hat, zurückgegriffen werden /13/. Abb. 29 zeigt den von ihm angegebenen zeitlichen Verlauf von $\bar{c}$ während Temperung bei 483°C als Funktion von $\sqrt{t}$. Er lässt sich wegen seiner deutlichen Krümmung gut an Gl. (38) für Kugelgeometrie anpassen und liefert für den Radius den Wert

$$R/\sqrt{D_{\text{th}}} = 915 \pm 45 \text{ s}^{1/2} \quad \text{bei } 483^\circ\text{C}.$$

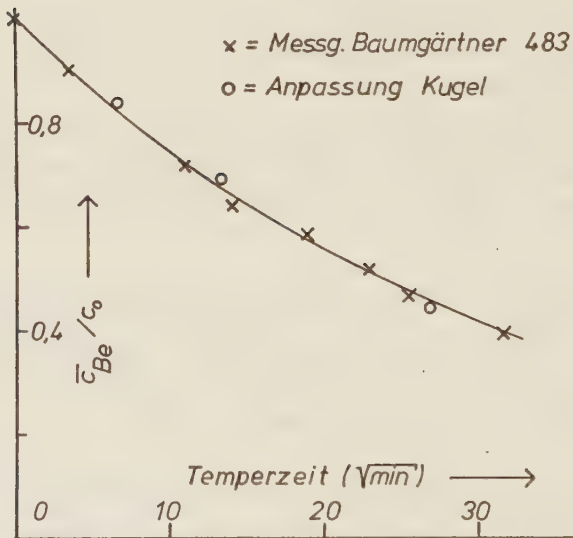


Abb. 29 : Entmischungskurve aus /13/

Baumgärtner hat im Temperaturgebiet 450 bis 500°C für die Aktivierungsenthalpie für Entmischung den Wert 2.36 eV erhalten; er konnte jedoch den Diffusionskoeffizienten nicht absolut bestimmen und damit auch keinen Wert für D_0 angeben. Die Annahme, dass sowohl in den von Baumgärtner als auch

in der vorliegenden Arbeit verwendeten Proben (die ja auf das selbe Ausgangsmaterial zurückgehen) eine Gleichheit der Kugelradien vorliegt, führt bei Benutzung des Werts 2.36 eV für die Aktivierungsenthalpie auf ein D_0 von $0.6 \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$. Dieses Ergebnis scheint vernünftig angesichts der Tatsache, dass eine erhöhte Aktivierungsenthalpie einen grösseren präexponentiellen Faktor zur Folge hat. Für das folgende kann demnach davon ausgegangen werden, dass die der Entmischungskinetik zugrundeliegende Geometrie durch Kugeln mit einem charakteristischen Radius von ca. 1000 Å angenähert werden kann.

5.2 Defektaufbau während Bestrahlung

Die durch die Grösse R gegebene (innere) Oberfläche muss als unerschöpfliche Senke für Punktdefekte angesehen werden. Die Konzentrationen v und i der durch Bestrahlung erzeugten Leerstellen und Zwischengitteratome hängen wesentlich davon ab, wie weit ein betrachteter Ort in der Probe von einer solchen Oberfläche entfernt ist. Im vorliegenden Fall können die Unterschiede in der Entfernung für verschiedene Orte erheblich sein, was wegen des Zusammenhangs

$$(42) \quad D_{\text{rad}}(x,t) = f_v D_v v(x,t) + f_i D_i i(x,t)$$

zur Folge hat, dass der Diffusionskoeffizient D_{rad} der Beryllium-Entmischung während der Bestrahlung sowohl zeit- als auch ortsabhängig wird.

Zur näheren Untersuchung dieses Sachverhalts werden im folgenden einige charakteristische Fälle betrachtet.

5.2.1 Vorwiegende Rekombination

Wenn die Diffusion der mit einer Rate K produzierten Punktdefekte zu festen, unerschöpflichen Senken hin keine Rolle spielt, dann erfolgt ihr Abbau allein durch Rekombination, die durch einen Reaktionskoeffizienten $K_{iv} = 4\pi r_{iv}(D_i + D_v)/\Omega_0$

(mit Ω_0 Atomvolumen und r_{iv} = Einfangradius) gegeben ist.
Es gilt dann die Bilanzgleichung

$$\frac{\partial i}{\partial t} = \frac{\partial v}{\partial t} = K - K_{iv} \cdot i \cdot v,$$

was wegen $i = v$ für alle t zu der Lösung führt:

$$(43) \quad v(t) = i(t) = \sqrt{K/K_{iv}} \cdot \tanh \sqrt{K \cdot K_{iv}} t$$

Nach einer Zeit $\tau_1 = (K \cdot K_{iv})^{-1}$ sind 76 %, nach $\tau_2 = 2(K \cdot K_{iv})^{-1}$ bereits 96 % der stationären Defektkonzentrationen

$$i_\infty = v_\infty = \sqrt{K/K_{iv}} \quad \text{erreicht.}$$

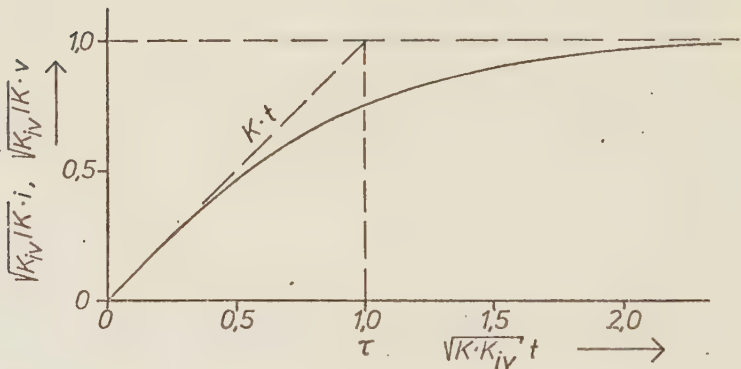


Abb. 30 : Defektaufbau bei Rekombination

Der bestrahlungsverstärkte Diffusionskoeffizient D_{rad} wird wegen $D_i \gg D_v$:

$$(44) \quad D_{rad}(t) \simeq f_1 \sqrt{\frac{K D_1 \Omega_0}{4\pi r_{iv}}} \tanh \sqrt{K \cdot K_{iv}} t$$

Die Grösse $X^2 = \int_0^t D_{\text{rad}}(\tau) d\tau$ ist ein Maß für den bis zum Zeitpunkt t erzielten Umsatz. Es folgt:

$$(45) \quad X^2(t) = \frac{f_i \cdot n_0}{4\pi r_{iv}} \cdot \ln \cosh \sqrt{K \cdot K_{iv}} t$$

Für $t > \tau_2$ erfolgt das Wachstum von X^2 linear mit der Zeit:

$$(46) \quad X^2(t) = f_i \sqrt{\frac{K D_i n_0}{4\pi r_{iv}}} \cdot t - \frac{f_i n_0 \ln 2}{4\pi r_{iv}}$$

(Der zweite, negative Term hat seine Ursache im geringeren Diffusionskoeffizienten während der Defekt-Aufbauphase). Das Ergebnis (46) besagt, dass bei einem bestrahlungsverstärkten Diffusionsvorgang, dem überwiegend die Rekombination der erzeugten Defekte zugrundeliegt, der Reaktionsumsatz mit der Wurzel aus der Teilchenstromdichte steigt und wegen

$$(47) \quad D_i = \gamma_{i0} \cdot \exp(S_i^m/k) \cdot \exp(-H_i^m/kT)$$

eine Temperaturabhängigkeit mit $H_i^m/2$ als Aktivierungsenthalpie zeigt.

5.2.2. Rekombination und Diffusion

Ist die Diffusion der Defekte zu festen Senken nicht mehr zu vernachlässigen, so lauten die Bilanzgleichungen

$$(48) \quad \frac{\partial i}{\partial t} = K - K_{iv} i v + D_i \frac{\partial^2 i}{\partial x^2} \quad \text{und}$$

$$(48') \quad \frac{\partial v}{\partial t} = K - K_{iv} i v + D_v \frac{\partial^2 v}{\partial x^2}$$

mit entsprechenden Randbedingungen. Dafür lassen sich keine exakten analytischen Lösungen mehr finden. Rothman et al. /32/ behandelten das Problem für Foliengeometrie numerisch. Die Ergebnisse zeigen ein Defektverhalten, das sich durch folgenden Schritte beschreiben lässt (siehe Abb. 31 und 32 aus /32/):

- a) Die Zwischengitteratome, d.h. die beweglicheren Defekte, bauen ein Diffusionsprofil auf, während die Leerstellenkonzentration - mit Ausnahme nahe der Senke - örtlich konstant anwächst.
- b) In der Folienmitte, wo die Zwischengitteratom-Konzentration am grössten ist, macht sich die Rekombination zuerst und am deutlichsten bemerkbar. Dadurch wächst die Leerstellen-Konzentration hier langsamer weiter als in Senken-nähe, wodurch sich nahe der Senke ein Leerstellenwall aus-bildet. Die Konzentration der Zwischengitteratome nimmt wegen der zur Diffusion hinzugeetretenen Rekombination ständig ab.
- c) Das sich nach kurzer Zeit in der Folienmitte einstellende Gleichgewicht zwischen Defektproduktion und -rekombination wird wegen der Diffusion in der Umgebung solange verschoben, bis für alle Orte $i/v = D_v/D_i$ gilt. Damit stellen sich in der Folienmitte die stationären Konzentrationen

$$v_{\infty} = \sqrt{\frac{D_i K}{D_v K_{iv}}} \quad \text{und} \quad i_{\infty} = \sqrt{\frac{D_v K}{D_i K_{iv}}} \quad \text{ein;}$$

sie fallen zu den Folienrändern hin auf 0 ab. (Hat die Foliendicke $2L$ dieselbe Größenordnung wie die mittlere freie Weglänge der Leerstellen für Rekombination, dann werden die Werte v_{∞} und i_{∞} nicht erreicht; das ist der Fall, wenn

$$L \leq 2 \sqrt{\frac{D_i D_v}{K_{iv} K}} \quad \text{gilt} \quad /33/ .)$$

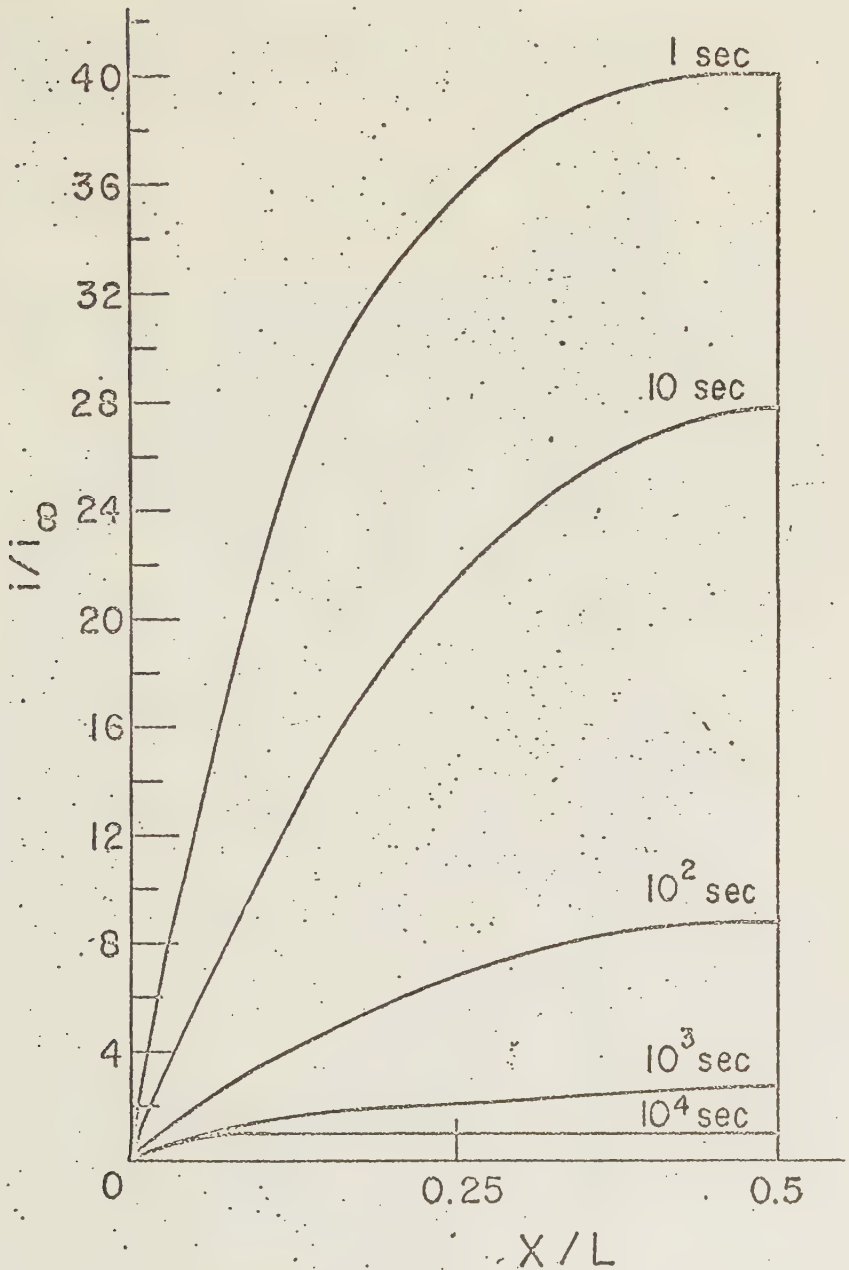


Abb. 31 : Aufbau der Zwischengitteratomkonzentration in einer Folie (aus [32])

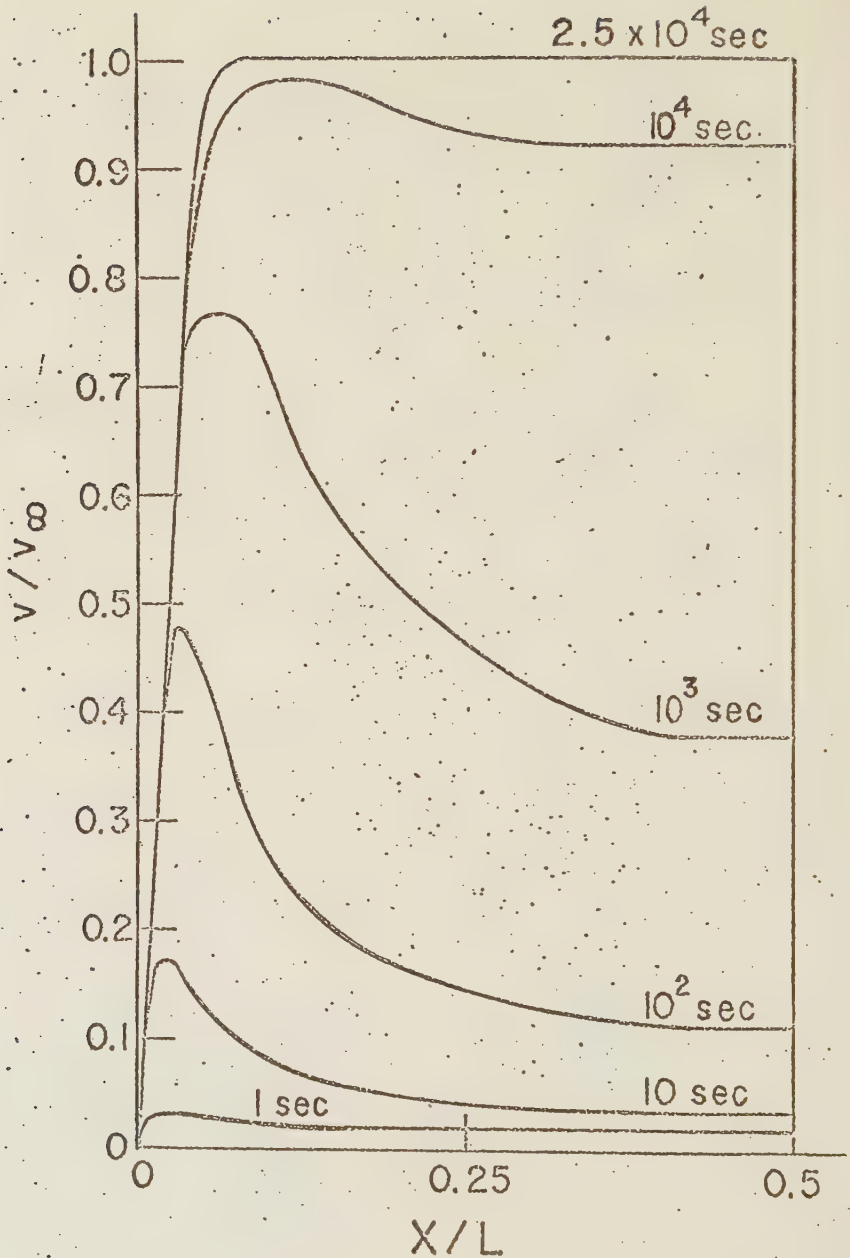


Abb. 32 : Aufbau der Leerstellenkonzentration in einer Folie
(aus [32])

Der stationäre Zustand ist durch einen Diffusionskoeffizienten

$$(49) \quad D_{\text{rad}} = (f_i + f_v) \sqrt{\frac{K D_v n_0}{4\pi r_{1v}}}$$

gekennzeichnet. Die Entwicklung von D_{rad} während der Anlaufphase ist wegen der unterschiedlichen Konzentrationszu- und -abnahmen nicht leicht zu überblicken, doch ist sie in der Folienmitte sicher durch ein Rekombinationsverhalten bestimmt, während in Senkennähe Defektdiffusion den entscheidenden Beitrag zu D_{rad} leistet. Wegen der zwischenzeitlich sehr hohen Konzentration der Zwischengitteratome im Vergleich zu i_∞ ist es durchaus denkbar, dass der Umsatz X^2 nahe der Senkengrenze in der Anlaufphase einen viel höheren Wert erreicht als in vergleichbaren Zeiten bei stationären Defektkonzentrationen.

5.2.3 Vorwiegende Diffusion

Durch das Zusammenwirken von grosser Beweglichkeit beider Defektsorten und kleinen Abmessungen der Ausscheidungsgebiete können die maximal erreichbaren Defektkonzentrationen so reduziert sein, dass ihre Rekombination gegenüber dem Abfluss zur Senke nicht ins Gewicht fällt. Für Kugelgeometrie wird dieser Fall beschrieben durch

$$\frac{\partial i}{\partial t} = K + D_i \frac{1}{r^2} \cdot \frac{\partial}{\partial r} (r^2 \frac{\partial i}{\partial r}) \quad \text{bzw.}$$

$$\frac{\partial v}{\partial t} = K + D_v \frac{1}{r^2} \cdot \frac{\partial}{\partial r} (r^2 \frac{\partial v}{\partial r}) .$$

Für die Randbedingung $i = v = 0$ für $r = R$ lautet die Lösung

$$(50) \quad \left. \begin{matrix} i(r, t) \\ v(r, t) \end{matrix} \right\} = \frac{K R^2}{6 D_{1,v}} \cdot \left\{ 1 - \left(\frac{r}{R} \right)^2 + \right.$$

$$\left. \frac{12}{\pi^2} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{(-1)^n}{n^2} \cdot \frac{\sin(n\pi \frac{r}{R})}{n\pi \frac{r}{R}} \cdot \exp(-n^2 \cdot \pi^2 \cdot D_{1,v} \frac{t}{R^2}) \right\}.$$

Nach der Zeit $\tau_{2,i} = 2 R^2 / \pi^2 D_1$ sind 84 %, nach $\tau_{3,i} = 3 R^2 / \pi^2 D_1$ bereits 94 % der stationären Zwischengitteratom-Konzentration

$$(51) \quad i_{\infty}(r) = \frac{K R^2}{6 D_1} \left\{ 1 - \left(\frac{r}{R} \right)^2 \right\}$$

erreicht. (Entsprechendes gilt für die Leerstellen.)

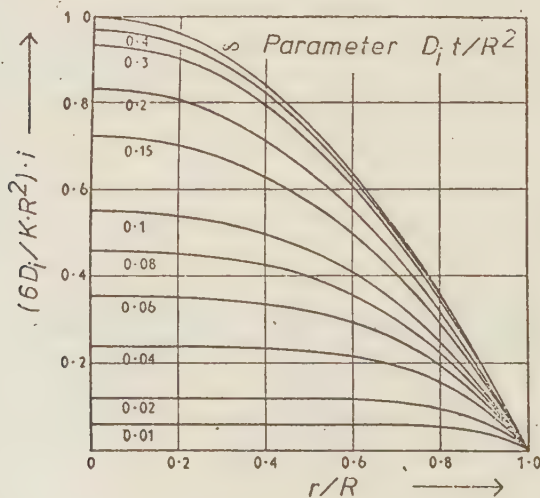


Abb.33 : Defektaufbau in einer Kugel (aus /34/)

Nach der Anlaufzeit beträgt der bestrahlungsverstärkte Diffusionskoeffizient

$$(51) \quad D_{\text{rad}}(r) = (f_i + f_v) \cdot \frac{K R^2}{6} \cdot \left\{ 1 - \left(\frac{r}{R} \right)^2 \right\}.$$

Im Gegensatz zu den vorangegangenen Fällen liegt hier eine lineare Abhängigkeit von D_{rad} von der Defekt-Produktionsrate K vor; auch enthält D_{rad} keine Temperaturabhängigkeit.

5.3 Differentielle Untersuchung des Probenverhaltens

Es ist ein besonderer Vorzug des hier vorgestellten magnetischen Analyseverfahrens, dass es die Möglichkeit bietet, das Diffusionsverhalten einerseits von senkennahen, andererseits von senkenfernen Bereichen getrennt zu untersuchen.

Zu diesem Zweck wird davon ausgegangen, dass hohe Be-Konzentrationen weit entfernt von Ausscheidungsgrenzflächen lokalisiert sind, während man in unmittelbarer Nähe davon niedrige Konzentrationen antreffen wird. Man gewinnt so eine Zuordnung von Konzentrationsintervallen zu bestimmten Bereichen in der Probe und kann damit durch Verfolgen der zeitlichen Entwicklung solcher Intervalle Rückschlüsse auf das dort herrschende Defektverhalten ziehen. Allerdings ist zu berücksichtigen, dass ein betrachtetes Konzentrationsintervall im Laufe der Entmischung nicht seine ursprüngliche Lage innerhalb der Probe beibehält, sondern sich immer mehr von der Senke entfernt. Wenn man jedoch die Untersuchungen so führt, dass nach den Zeiten gefragt wird, die unter verschiedenen Diffusionsbedingungen nötig sind, um zwei oder mehrere Proben mit übereinstimmendem Ausgangszustand in den gleichen Endzustand zu überführen, dann erlauben die so erhaltenen Gleichwertzeiten unter der Voraussetzung gleicher innerer Geometrie der Proben einen Vergleich der Diffusionskoeffizienten /35/. Die Ähnlichkeit des Entmischungsablaufs bei bestrahlungs-

verstärkter Diffusion unter verschiedenen Bedingungen, die aus einem Vergleich der Verteilungskurven zu ersehen ist, deutet darauf hin, dass dabei in jeder Probe tatsächlich gleiche Zustände durchlaufen werden (diese Aussage wird weiter unten näher überprüft). Gleiche Anfangs- und Endzustände zweier Proben unterscheiden sich durch gleiche Umsätze $x^2 = \int D \, dt$, d.h. es gilt:

$$(52) \quad x_1^2(t_1) = \int_0^{t_1} D_1(t) \, dt = \int_0^{t_2} D_2(t) \, dt = x_2^2(t_2).$$

Bei den verschiedenen Diffusionsbedingungen handelt es sich einmal um die drei Elektronenflussdichten 50, 100 und 200 $\mu A/cm^2$, die drei verschiedene Defektproduktionsraten K zur Folge haben, und zum anderen um die 5 Temperaturwerte 120, 140, 160, 180 und 200°C, die Einfluss auf die Defektbeweglichkeiten D_i und D_v haben.

I. Im Falle vorwiegender Rekombination bedeuter Gleichheit der Umsätze:

$$(53) \quad \sqrt{K_1 K_{iv,1}} t_1 = \sqrt{K_2 K_{iv,2}} t_2 \quad ; \quad \text{d.h.}$$

bei konstant gehaltener Temperatur: $t_1/t_2 = \sqrt{K_2}/\sqrt{K_1}$ und

bei konstant gehaltener Flussdichte: $t_1/t_2 = \sqrt{D_1(T_2)}/\sqrt{D_1(T_1)}$.

II. Im Falle nebeneinander vorliegender Defektrekombination und -diffusion gilt nach Erreichen des stationären Zustandes:

$$(54) \quad \sqrt{K_1 D_{v,1}} t_1 = \sqrt{K_2 D_{v,2}} t_2 \quad ,$$

also für $T = \text{const.}$: $t_1/t_2 = \sqrt{K_2}/\sqrt{K_1}$

und für $K = \text{const.}$: $t_1/t_2 = \sqrt{D_V(T_2)}/\sqrt{D_V(T_1)}$.

Während der Einstellzeit für das Gleichgewicht gilt zu-
mindest im senkenfernen Bereich ebenfalls eine K - Abhän-
gigkeit der Gleichwertezeit, während sich die Temperatur-
abhängigkeit von $\sqrt{D_1(T)}$ nach $\sqrt{D_V(T)}$ verändert.

III. Im Falle vorwiegender Defektdiffusion gilt nach Ablauf der
Einstellzeit $\tau_1 = 2 R^2/\pi^2 D_1$

$$(55) \quad K_1 t_1 = K_2 t_2$$

Das Vorherrschen einer solchen Kinetik ist allerdings nur
zu erwarten, wenn $K_{1V} \cdot 1_\infty \cdot v_\infty < K$ erfüllt ist.
Das bedeutet

$$(55') \quad D_V > \frac{4 \pi r_{1V} R^4 K}{36 \alpha_0} \simeq 2 \cdot 10^{-12} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$$

für das ermittelte $R = 10^{-5} \text{ cm}$ und $K = 10^{-7} \text{ s}^{-1}$
($\alpha_0 = 10.95 \text{ Å}^3$ und $r_{1V} = 1.8 \text{ a}$ für Nickel). Damit
wird die Einstellzeit für die langsamere Defektart:

$$\tau_V = 2 R^2/\pi^2 D_V \simeq 10 \text{ s.}$$

In den folgenden Tabellen und den Abbildungen 34 bis 36 ist
die zeitliche Entwicklung des Volumenanteils je eines senken-
nahen und eines senkenfernen Konzentrationsintervalls unter
verschiedenen Bestrahlungsbedingungen dargestellt. Damit kann
man zunächst prüfen, ob in den einzelnen Proben tatsächlich
gleiche Zustände durchlaufen werden. Als Indiz wird die Abbild-
barkeit der Verteilungskurven für solche Probenzustände an-
gesehen, die nach dem Diagramm gleiche Entmischungsphasen
erreicht haben. Das trifft z.B. im Falle der Bestrahlungstem-
peratur 180°C , bei der die mit 50, 100 und $200 \mu\text{A/cm}^2$ Strom-

Zeitliche Entwicklung der Volumenanteile ΔV der Konzentrationsintervalle um 13.25 % und 11.25 % (in 10^{-3} mm^3)

Probe o	t (h)	0.0	3.0	6.25	9.5	12.75	15.0	17.25	21.75
100 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ 120°C	13.25%	14.96	12.54	8.29	7.55	5.85	5.77	4.09	2.23
	11.25%	0.47	0.51	1.15	1.00	1.50	1.93	1.99	2.98

Probe t	t (h)	0.0	4.5	9.0	11.25	13.5	16.0
100 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ 140°C	13.25%	14.30	12.16	7.63	6.12	4.66	3.44
	11.25%	0.66	0.71	1.45	1.69	2.14	2.77

Probe s	t (h)	0.0	3.0	6.0	9.0	11.25	14.0	16.5	19.0	21.5	24.0	26.5	29.0
100 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ 160°C	13.25%	15.18	10.30	7.93	5.85	5.30	4.11	3.20	2.48	1.40	0.59	0.10	0.0
	11.25%	0.31	0.87	1.35	2.35	2.41	3.21	4.16	4.83	5.69	6.32	7.55	7.96

Probe r	t (h)	0.0	4.5	9.0	11.25	13.25	15.92	18.50	21.25	23.75
100 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ 180°C	13.25%	14.95	7.98	5.78	4.64	3.60	3.23	1.02	0.59	0.69
	11.25%	0.27	1.19	2.43	3.43	4.00	4.83	6.38	7.22	7.36

Probe q	t (h)	0.0	3.25	6.5	8.75	11.0	13.5	16.0	18.5	21.0	23.75	26.0
100 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ 200°C	13.25%	12.16	8.85	6.16	5.27	4.22	3.40	2.53	1.58	1.02	0.75	0.40
	11.25%	0.71	1.20	1.91	2.38	3.49	4.15	5.06	6.24	6.99	8.49	9.75

Zeitliche Entwicklung der Volumenanteile ΔV der Konzentrationsintervalle um 13.25% und 11.25% (in 10^{-3} mm^3)

Probe f	t (h)	0.0	3.42	7.50	12.00	16.50	19.50
50 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ 140°C	13.25%	13.03	10.99	8.71	6.56	5.07	3.27
	11.25%	0.82	1.10	1.32	2.29	2.78	3.49

Probe g	t (h)	0.0	2.0	4.25
200 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ 140°C	13.25%	12.31	8.05	4.72
	11.25%	0.89	1.55	2.18

Probe v	t (h)	0.0	4.42	8.92	13.42	17.84	22.34	26.84	30.34	34.84	39.84
50 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ 180°C	13.25%	14.98	11.90	8.94	6.90	5.20	4.54	3.53	2.56	1.28	1.57
	11.25%	0.18	0.33	0.87	1.82	3.20	3.50	4.25	5.26	6.01	6.62

Probe n	t (h)	0.0	2.0	6.5	8.75	9.75	10.75	12.75	14.75	16.75	18.75
200 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ 180°C	13.25%	16.63	9.33	3.13	1.65	0.96	0.78		0.09		
	11.25%	0.25	1.31	4.23	5.74	6.83	7.34	9.43	10.31	11.89	12.30

Gleichwertszeiten der einzelnen Reaktionsläufe (in h)

<u>140°C</u>							
13.25%				11.25%			
Gleichw. 10^{-3} mm^3	Stromdichte ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)			Gleichw. 10^{-3} mm^3	Stromdichte ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)		
	50	100	200		50	100	200
12	1.9	4.5	0.15	1	2.3	6.5	0.4
4	17.8	14.8	4.95	2	11.3	12.6	3.8
Δt (h)	15.9	10.3	4.8	Δt (h)	9.0	6.1	3.4
<u>180°C</u>							
12	4.3	2.5	1.1	1	7.5	3.9	1.5
4	23.2	12.2	5.7	5	31.1	16.1	7.7
Δt (h)	18.9	9.7	4.6	Δt (h)	23.6	12.2	6.2

<u>100 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$</u>						
Gleichw. 10^{-3} mm^3	Temperatur ($^{\circ}\text{C}$)					
	120	140	160	180	200	
12	3.1	4.5	1.5	2.5	0.2	13.25%
4	17.0	14.8	13.5	12.2	11.6	
Δt (h)	13.9	10.3	12.0	9.7	11.4	
1	8.7	6.5	4.3	3.9	2.6	11.25%
3	22.2	16.6	12.9	10.3	10.3	
Δt (h)	13.5	10.1	8.6	6.4	7.7	
$1/\Delta t$	0.074	0.099	0.116	0.156	0.130	

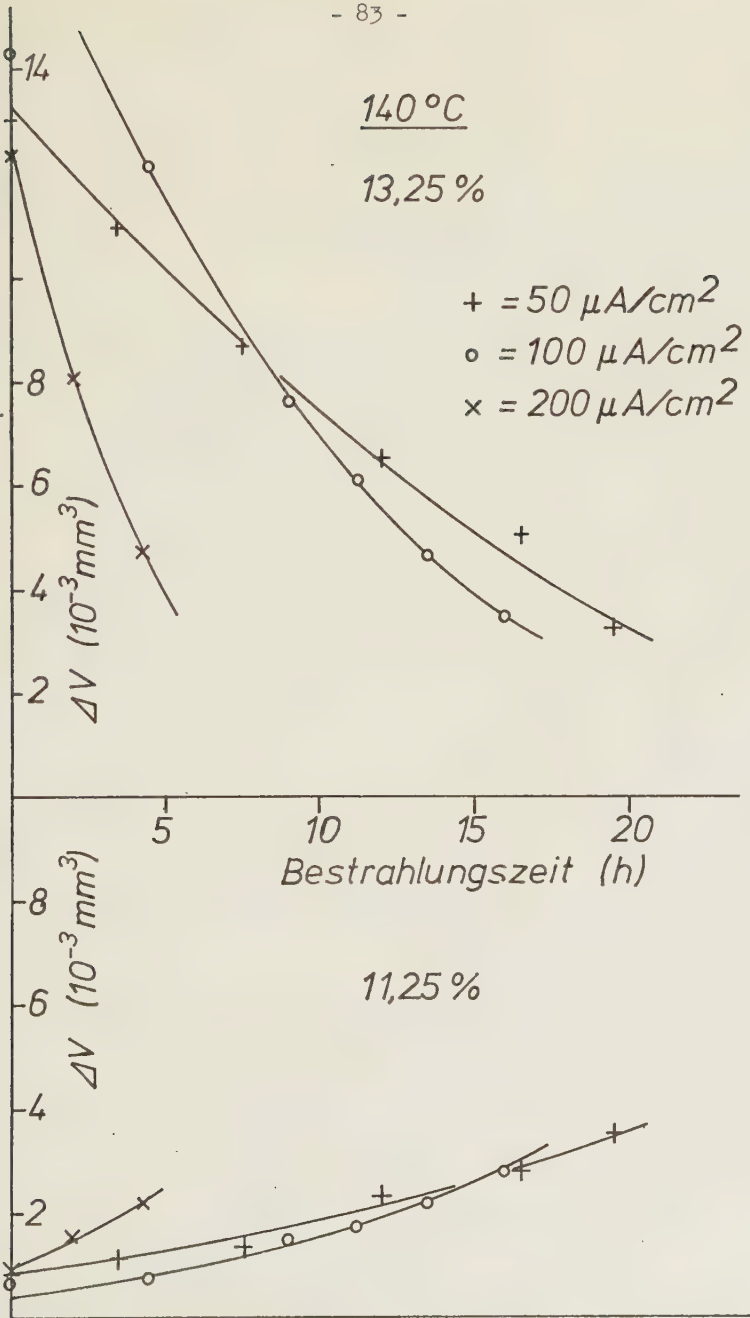


Abb. 34 : Flussdichte - Abhängigkeit bei 140 °C

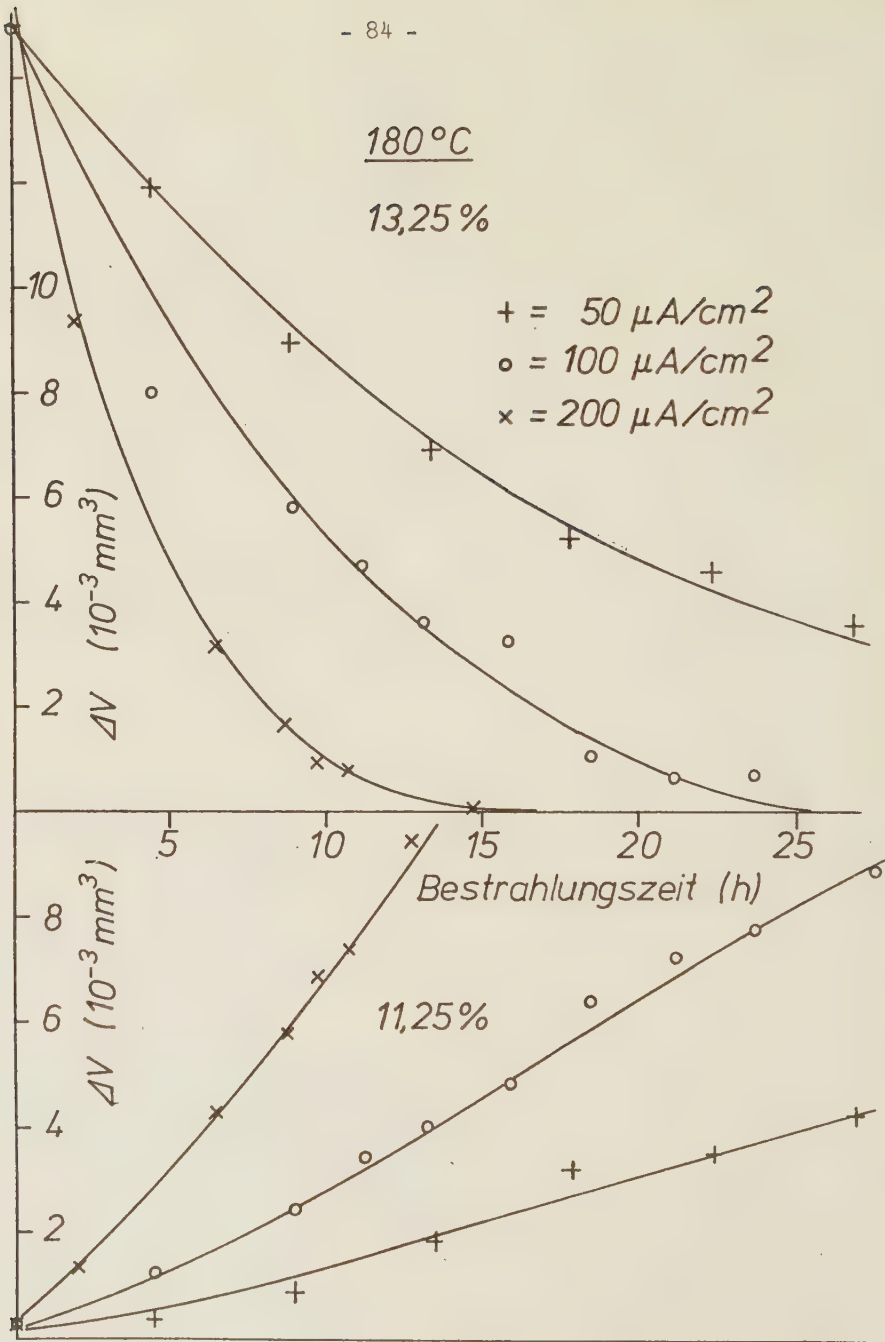


Abb. 35 : Flussdichte-Abhängigkeit bei 180°C

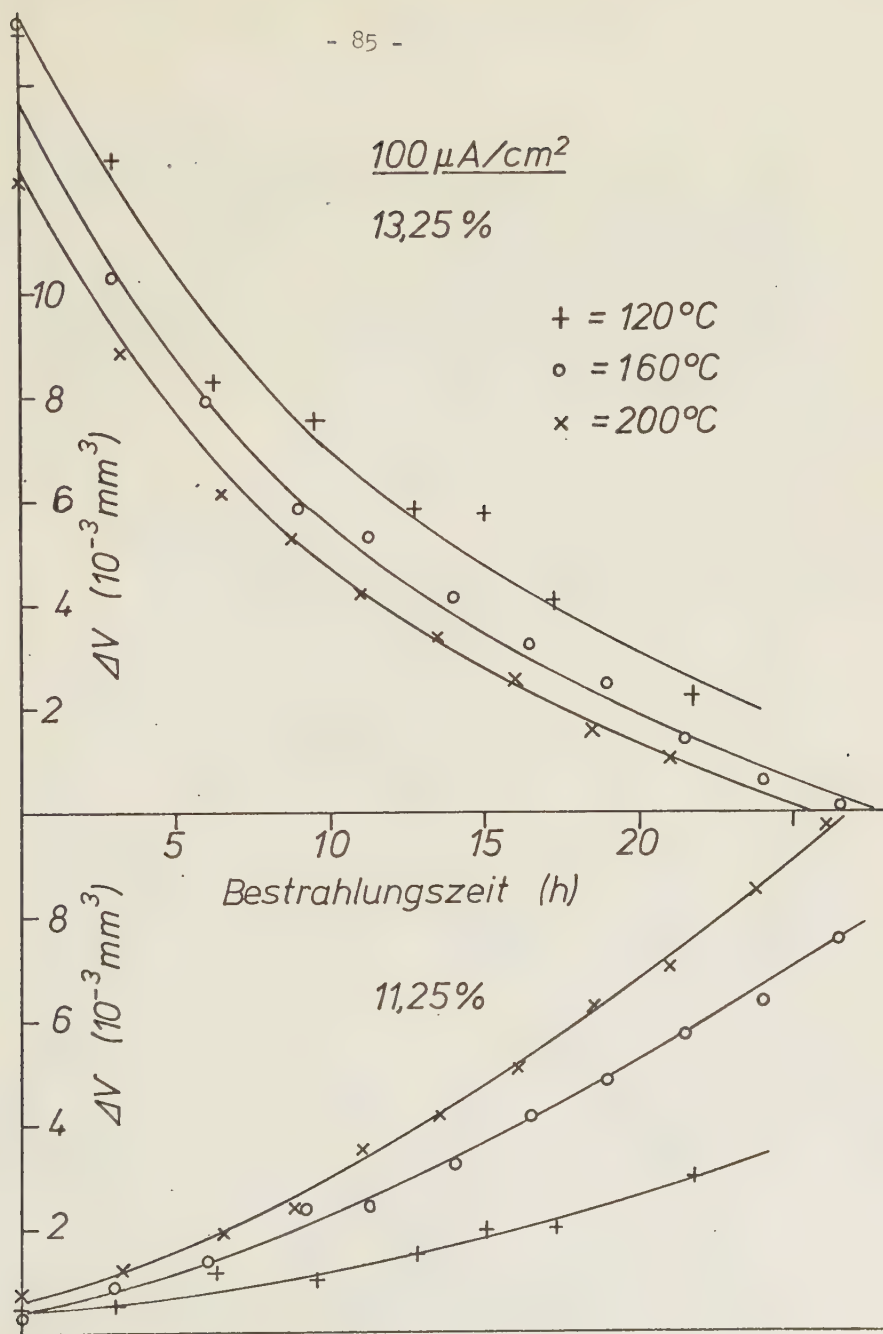


Abb. 36 : Temperatur-Abhängigkeit bei $100 \mu\text{A}/\text{cm}^2$

dichte bestrahlten Proben übereinstimmenden Ausgangszustand besitzen, für die nach 26.8, 15.9, bzw. 6.5 h erreichten Entmischungsphasen zu. In Abb. 37 sind die normierten Verteilungskurven der drei Proben übereinander gezeichnet.

Man erkennt, dass sich auch noch nach dieser bereits fortgeschrittenen Entmischung die Verteilungskurven gut aufeinander abbilden lassen. Damit ist das Konzept der Gleichwertzeiten im vorliegenden Fall anwendbar.

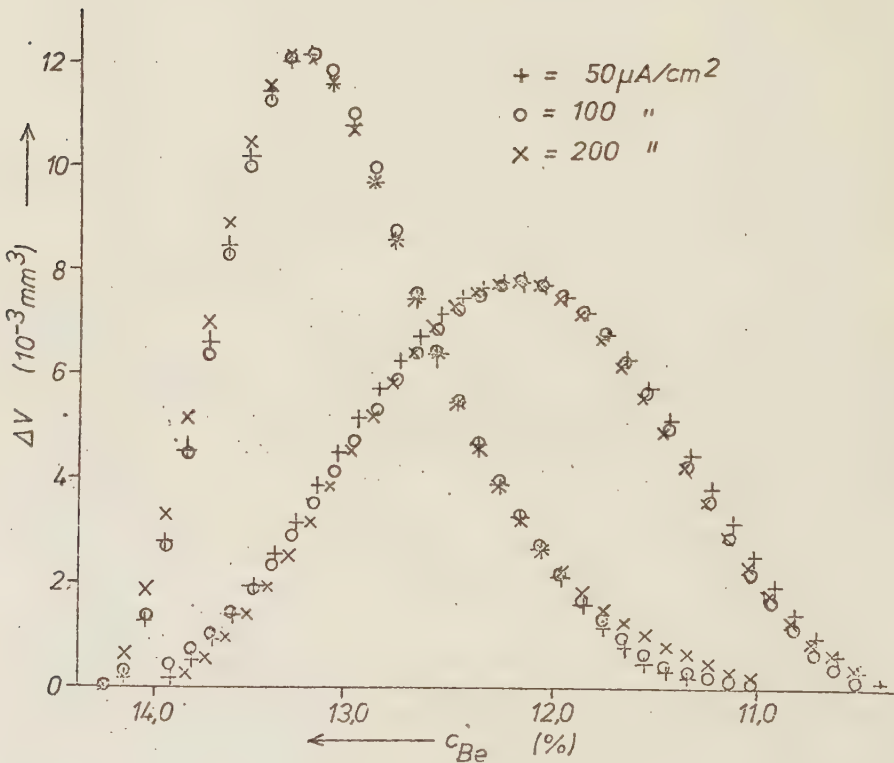


Abb. 37 : Zur Abbildbarkeit der Verteilungskurven

Die Diagramme 38 bis 40 zeigen die Ergebnisse:

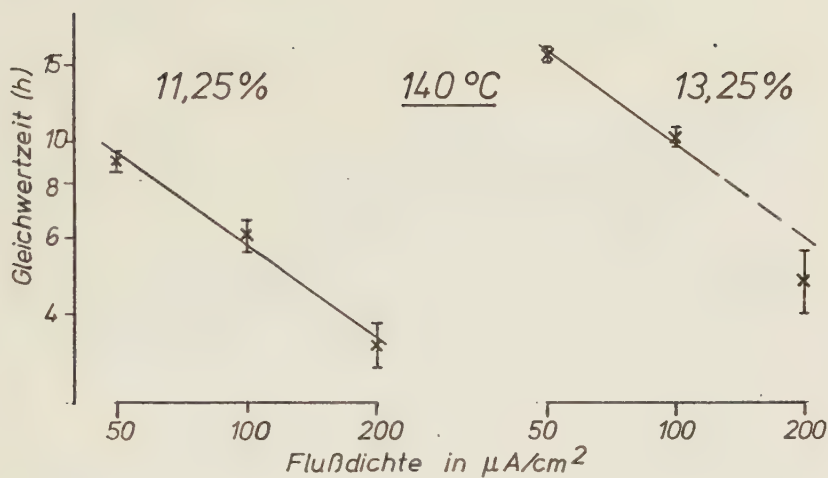


Abb. 38 : Ergebnis Flußdichte-Abhängigkeit 140°C

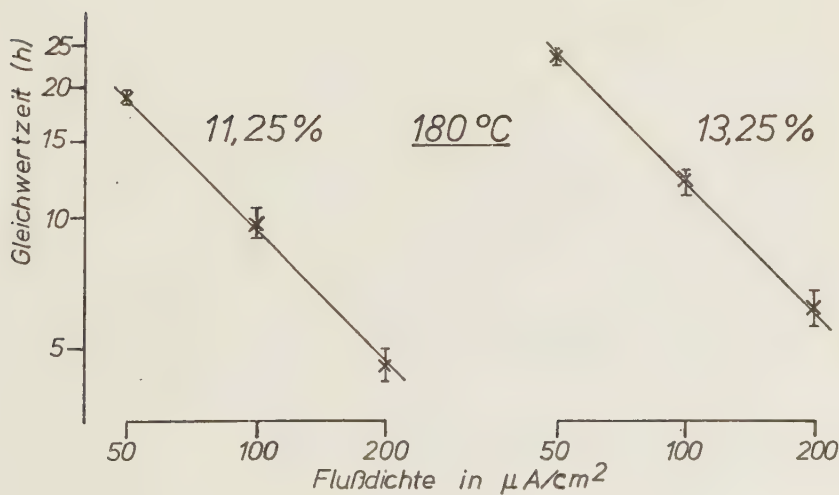


Abb. 39: Ergebnis Flußdichte-Abhängigkeit 180°C

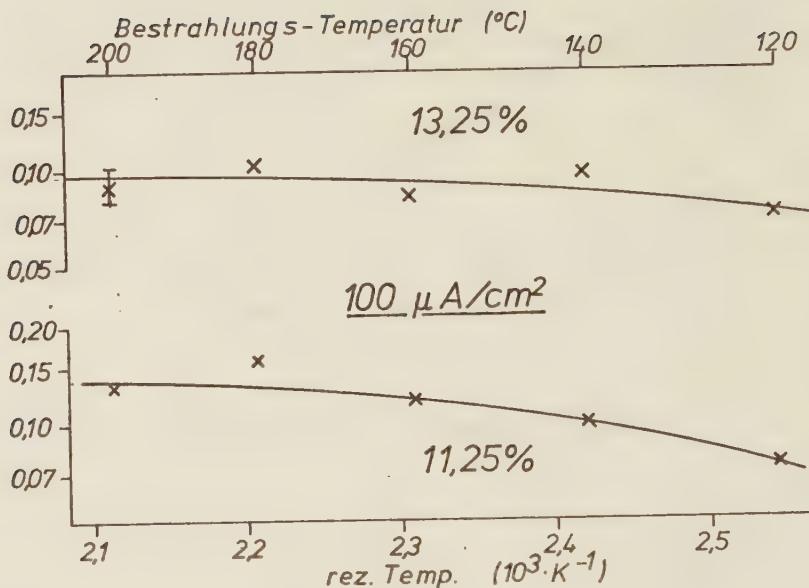


Abb. 40 : Ergebnis Temperaturabhängigkeit $100 \mu\text{A/cm}^2$

Die Flussdichte-Abhängigkeit ist bei 180°C sowohl für senkennahe als auch für senkenferne Bereiche linear. Gleichzeitig wird zwischen 200°C und 160°C praktisch keine Abhängigkeit von der Temperatur festgestellt. Bei 140°C ist die Variation mit der Flussdichte schwächer als linear (Exponent 0.7); auch macht sich hier und stärker noch bei 120°C eine Temperaturabhängigkeit bemerkbar.

Nach dem in Abschnitt 5.2 Gesagten muss man daraus folgern, dass oberhalb von 140°C beide Punktdefektarten im wesentlichen durch Diffusion zur Senke hin abgebaut werden und Rekombination keine Rolle spielt.

Bei und unterhalb von 140°C steigt durch die geringer werdende Beweglichkeit v.a. der Leerstellen deren Konzentration so stark an, dass nun die Rekombination einen merklichen Anteil am Defektabbau übernimmt.

Das versetzt uns in die Lage, den Diffusionskoeffizienten und die Aktivierungsenthalpie für Leerstellenwanderung in Ni-Be abzuschätzen. Nimmt man an, dass das Verhältnis

$$K_{1v} \frac{1_{\infty}}{v_{\infty}} / K = \frac{\pi}{9} \cdot \frac{K_{1v}}{n_0} \cdot \frac{K R^4}{D_v}$$

bei 120°C und einer Stromdichte von $100 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ (Frenkeldefekt-Produktionsrate $K = 0.5 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1}$) den Wert 0.5 hat, dann ist nach (55') $D_v = 2 \cdot 10^{-12} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$. Dem entspricht bei einem $D_{v0} = 0.2 \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$ eine Aktivierungsenthalpie

$$H_v^m \simeq 0.86 \text{ eV}.$$

Dieser Wert erscheint vernünftig, wenn man bedenkt, dass die Aktivierungsenthalpie der Entmischung von Ni-Be ca. 0.6 eV unter dem entsprechenden Wert für Selbstdiffusion in Nickel liegt (z.B. /36, 37/) und diese Reduktion zum Teil auf eine Erleichterung der Leerstellendiffusion in Ni-Be zurückzuführen sein dürfte (H_v^m hat in Nickel den Wert 1.40 eV /36, 37, 38/).

Damit ergibt sich die Vorstellung eines bestrahlungsverstärkten Diffusionskoeffizienten, der nach einer kurzen Anlaufzeit (im Anschluss an (55')) zu ca. 10 s abgeschätzt) zeitlich konstant ist und die Gestalt

$$(56) \quad D_{\text{rad}}(r) = (f_1 + f_v) \frac{KR^2}{6} \left\{ 1 - \left(\frac{r}{R}\right)^2 \right\}$$

besitzt. Sein Wert steigt nach Art der in Abb. 33 wiedergegebenen Kurve (∞) von Null an der Senkenoberfläche auf den

Maximalbetrag $(f_i + f_v) KR^2/6$ für $r = 0$.

Dieses Bild erklärt den Entmischungsablauf, der sich in den charakteristischen Veränderungen der Verteilungsfunktion wieder spiegelt: Wegen des grossen Diffusionskoeffizienten in Senkenferne wird die ursprünglich dort vorhandene hohe und weitgehend einheitliche Be-Konzentration rasch abgebaut, was in einer zunehmenden Verflachung der entsprechenden, anfangs steilen Flanke der Verteilungskurve zum Ausdruck kommt. Die Be-Atome gelangen in Gebiete mit kleinem Diffusionskoeffizienten, von denen aus sie nur langsam zur Senkenoberfläche hin abfliessen; folglich stauen sie sich in Senkennähe auf und bewirken damit ein wachsendes Steilerwerden der Verteilungskurve. In Abb. 41 sind für drei typische Entmischungsphasen die Verteilungskurven zusammen mit den zugrundeliegenden Be-Konzentrationsprofilen dargestellt. Schliesslich liefert Gl. (56) auch die Begründung dafür, dass die unter verschiedenen Bedingungen bestrahlten Proben gleiche Zustände durchlaufen und deshalb ihre Verteilungskurven aufeinander abgebildet werden können; denn jede Veränderung der Bestrahlungsparameter wirkt sich nach (56) an allen Orten innerhalb der Probe gleich stark aus.

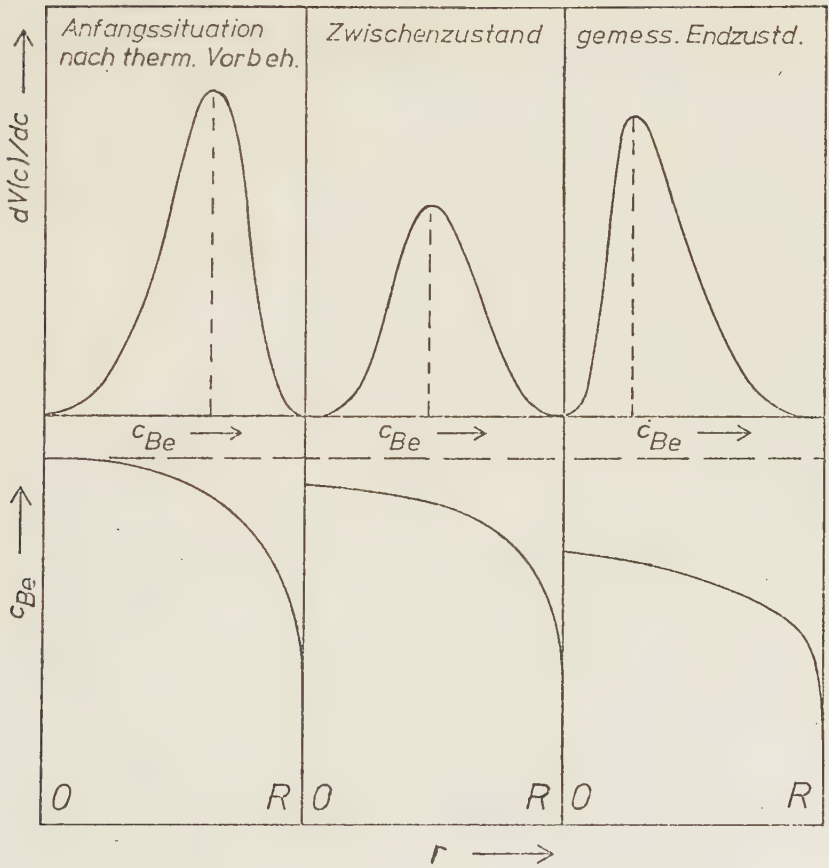


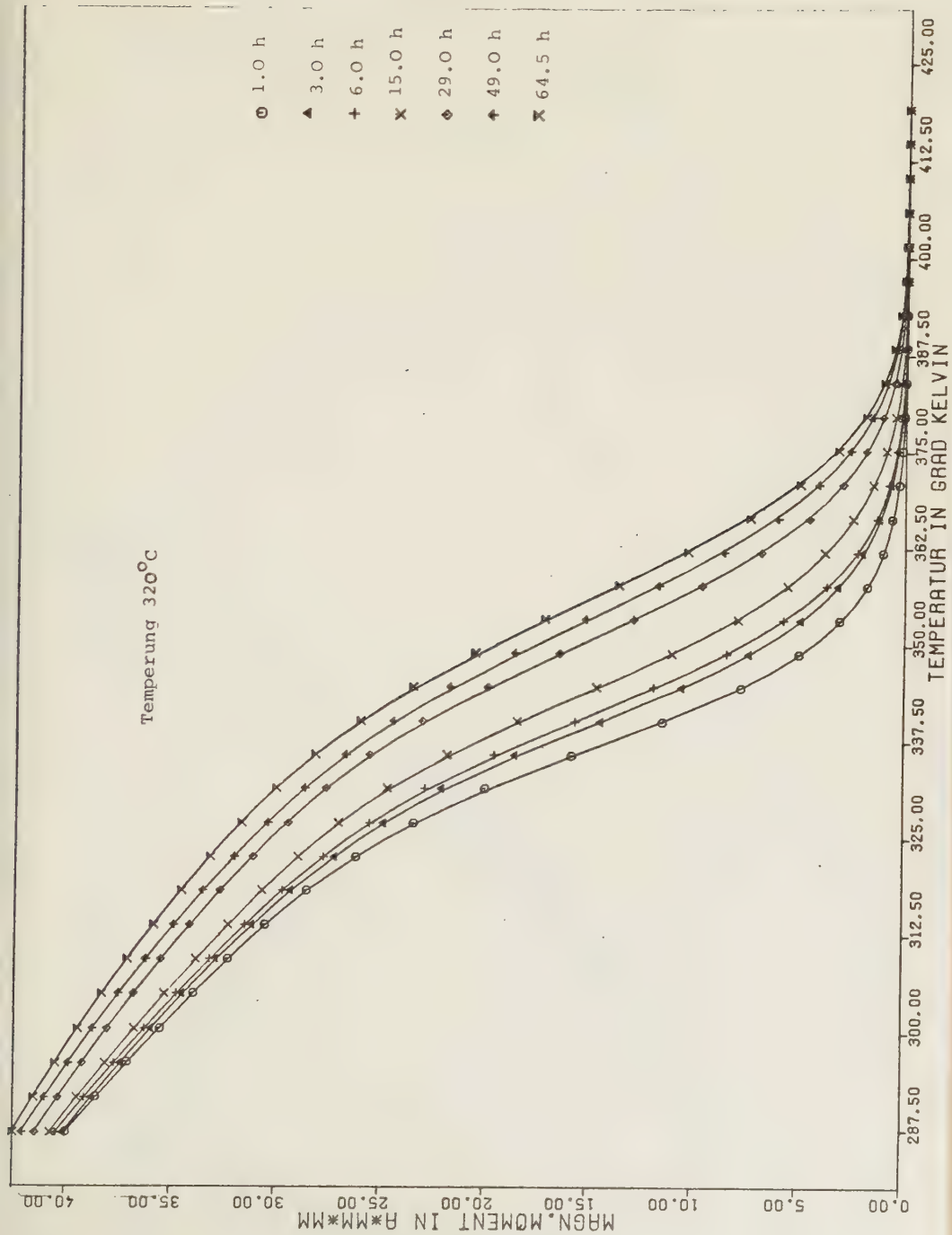
Abb. 41 : Verteilungsfunktion und Konzentrationsprofil

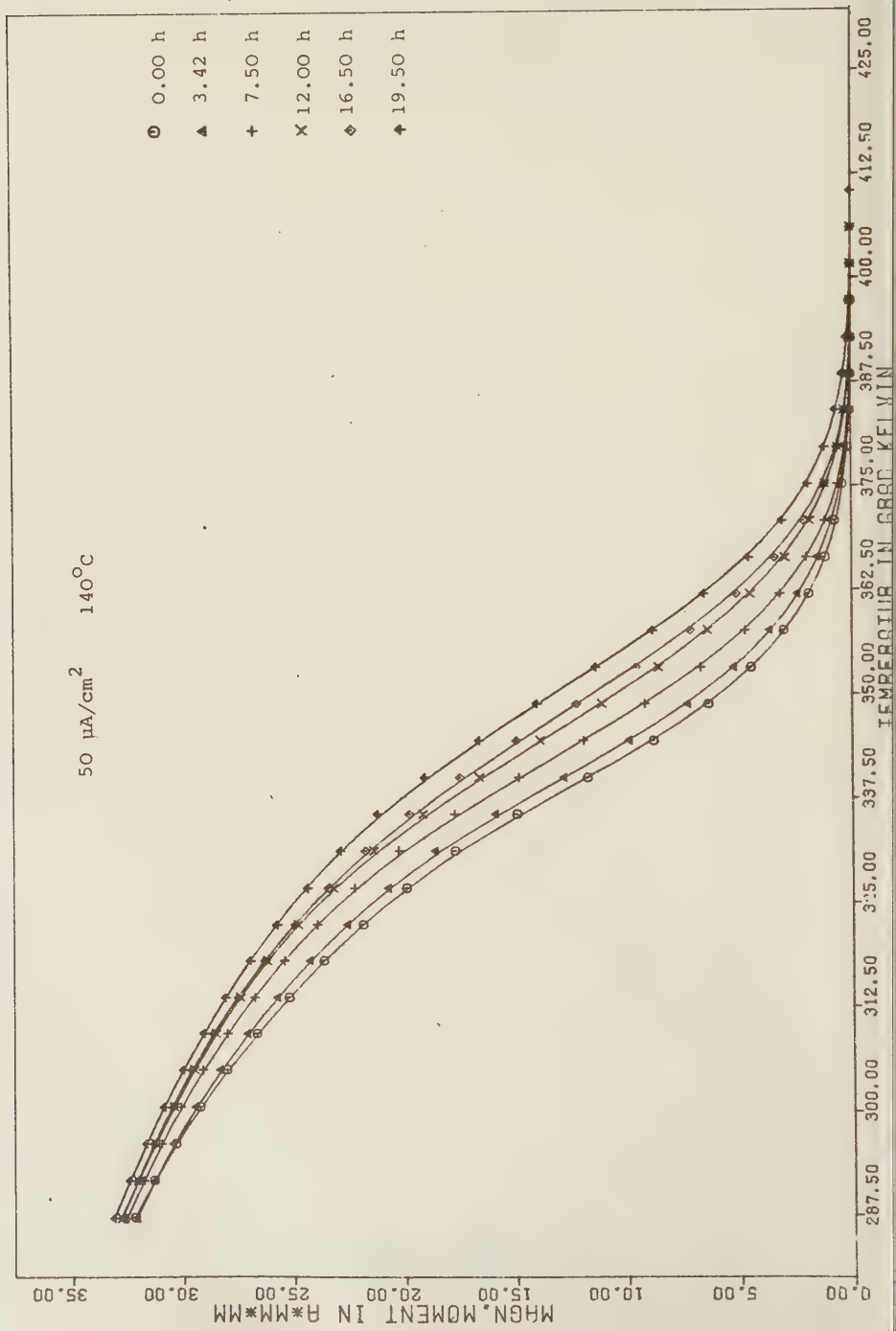
6 ANHANG

6.1.1 bis 6.1.10 Meßkurven

6.2.1 bis 6.2.7 Computer-Programm für magnetische Analyse

6.3.1 bis 6.3.10 Volumen-Verteilungskurven





MAGN. MOMENT IN A*MM*MM

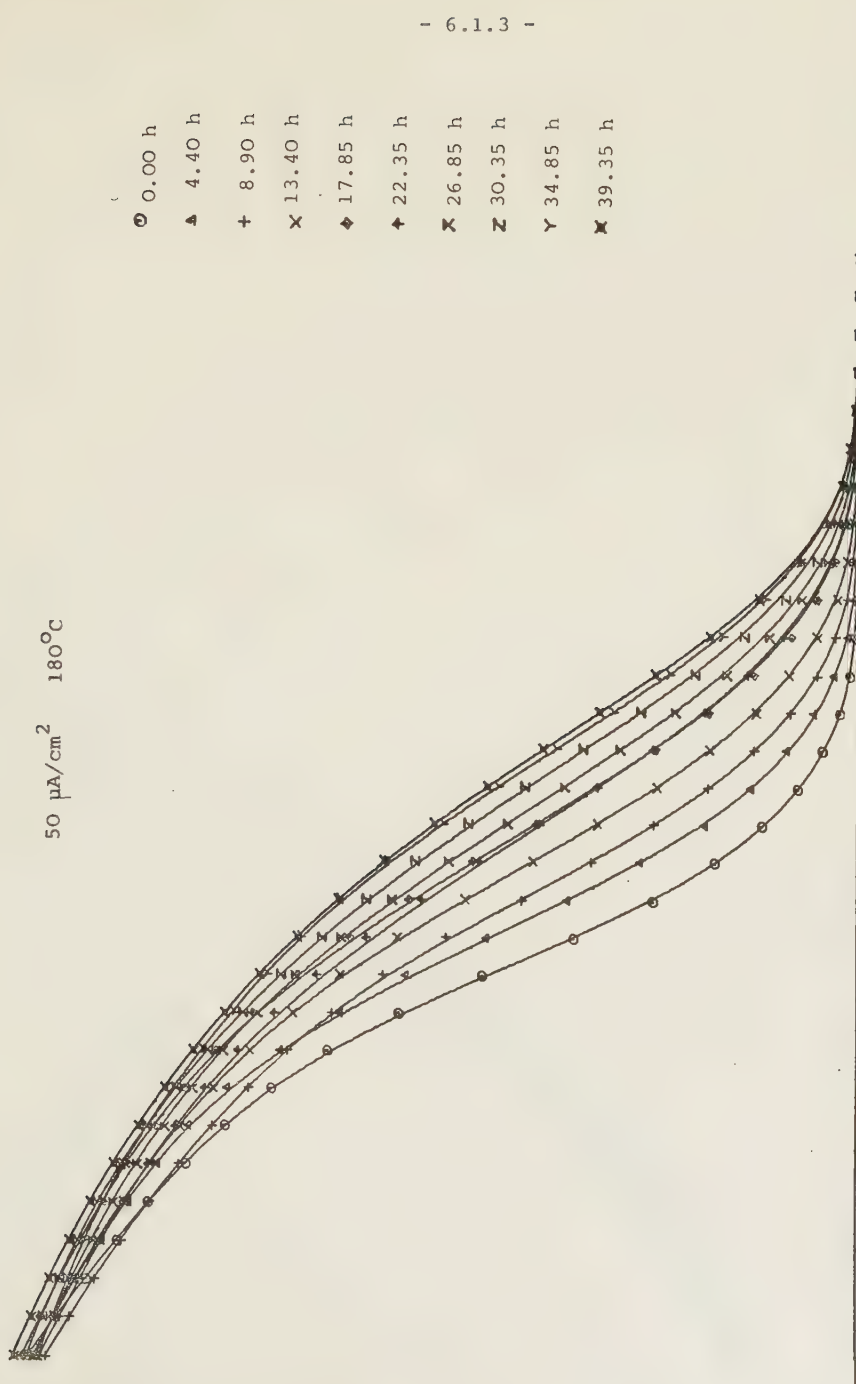
50 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ 180°C

- 0.00 h
- ▲ 4.40 h
- + 8.90 h
- × 13.40 h
- ◆ 17.85 h
- † 22.35 h
- ✕ 26.85 h
- z 30.35 h
- Y 34.85 h
- ✖ 39.35 h

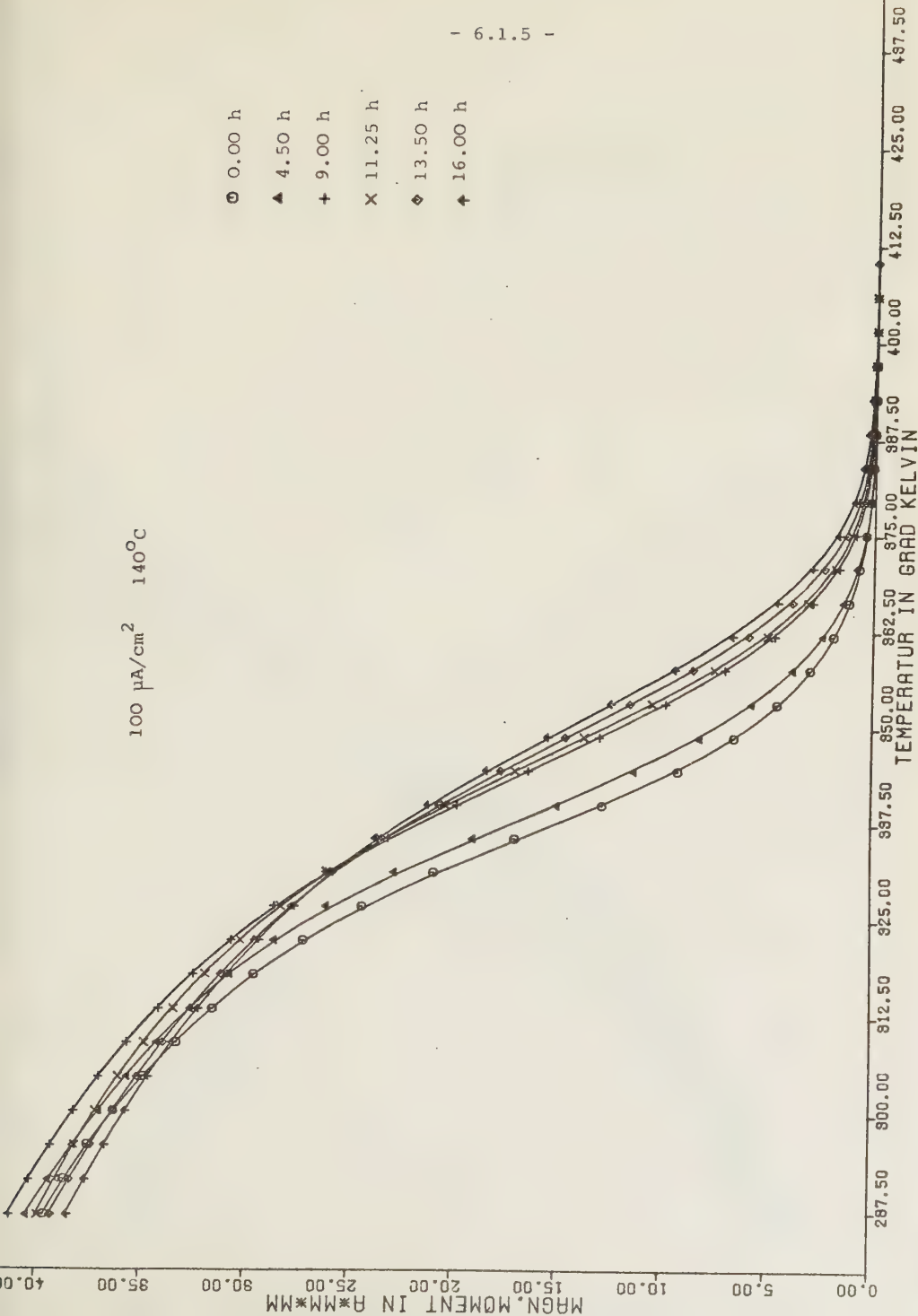
- 6.1.3 -

TEMPERATUR IN GRAD KELVIN

287.50 300.00 312.50 325.00 337.50 350.00 362.50 375.00 387.50 400.00 412.50 425.00 437.50

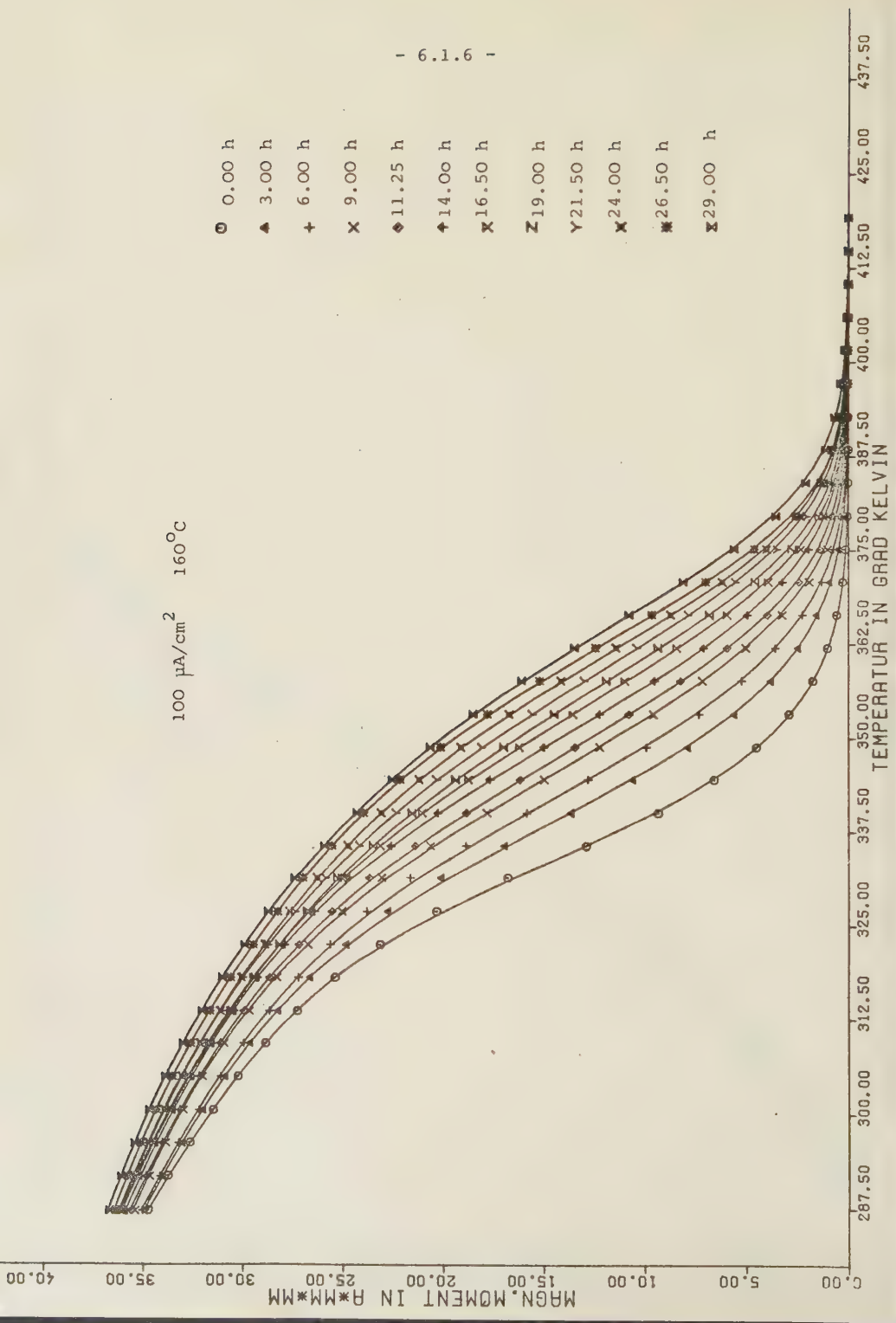


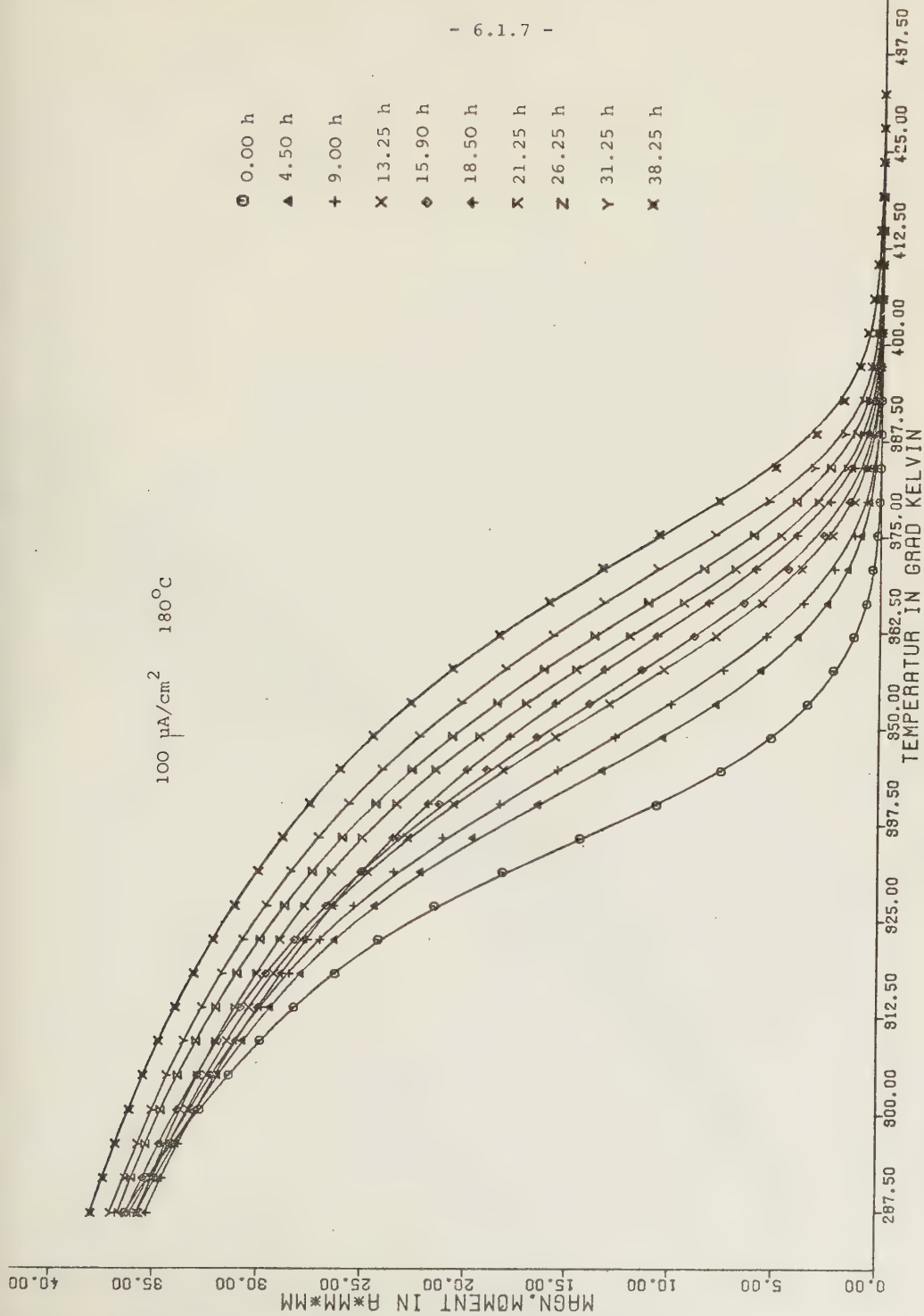


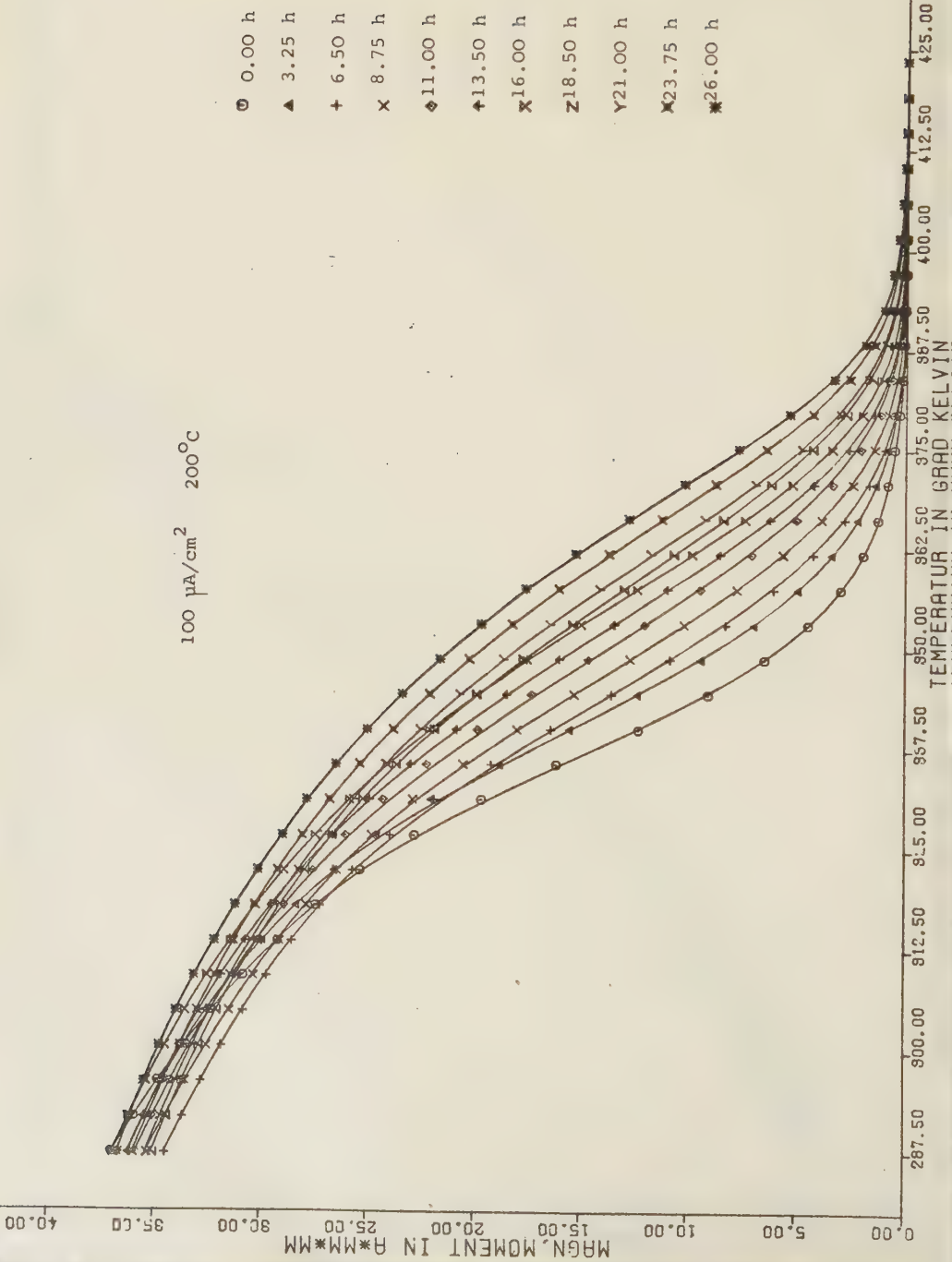


100 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ 160°C

- 0.00 h
- ▲ 3.00 h
- ⊕ 6.00 h
- × 9.00 h
- ◆ 11.25 h
- ♣ 14.00 h
- ⋈ 16.50 h
- ⌵ 19.00 h
- ⋈ 21.50 h
- ⋈ 24.00 h
- ⋈ 26.50 h
- ⋈ 29.00 h

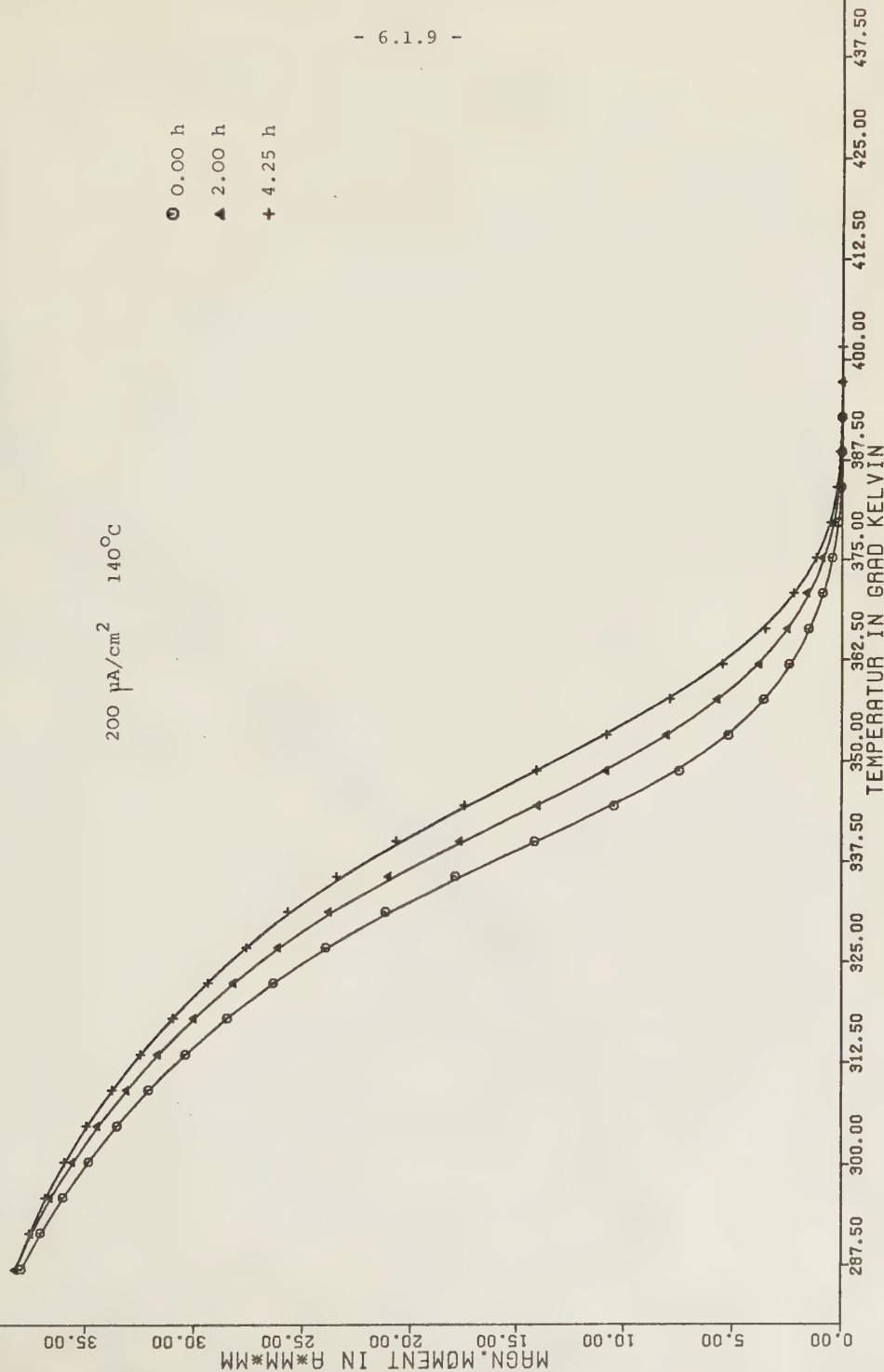


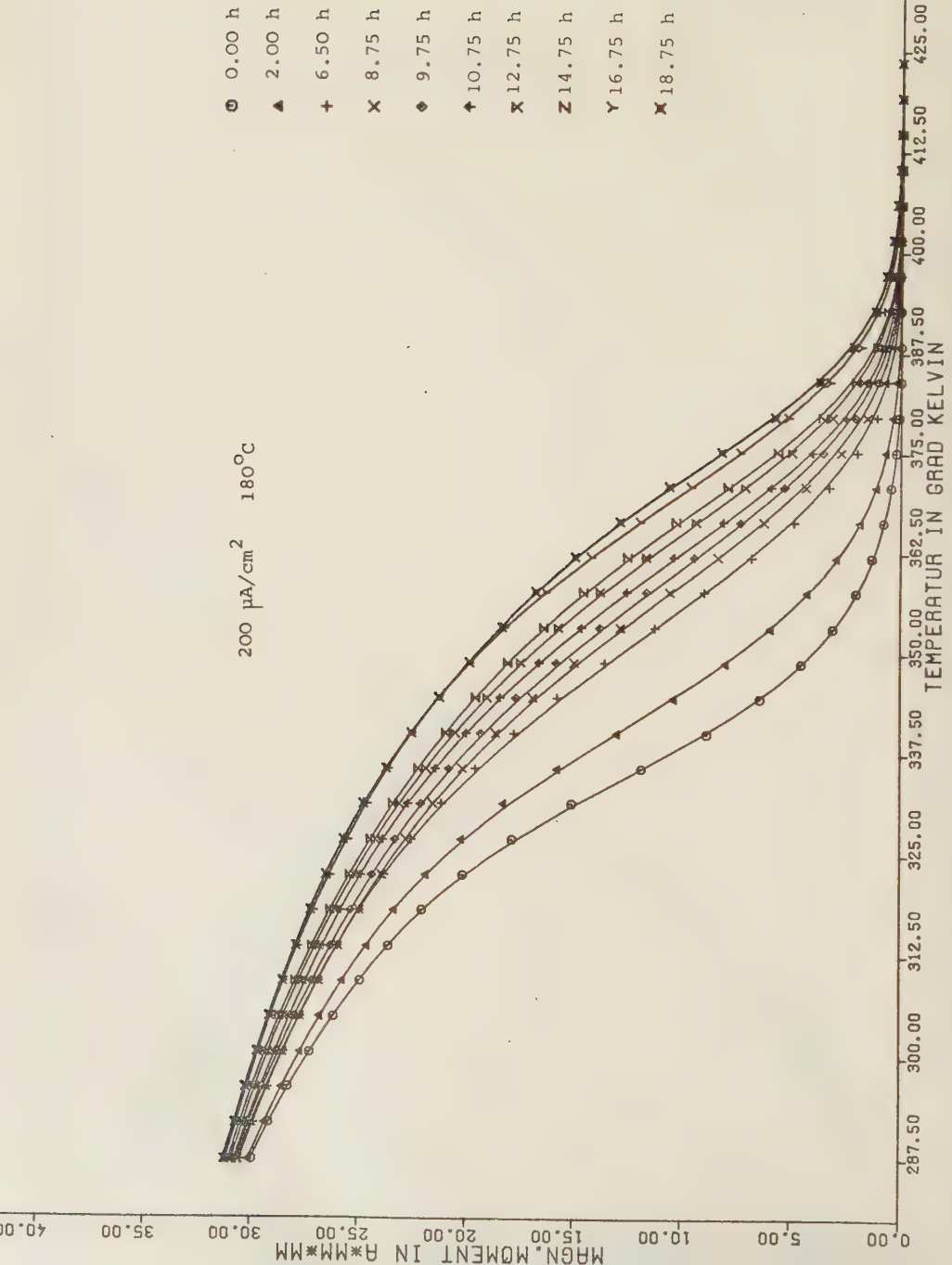




200 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ 140°C

○ 0.00 h
▲ 2.00 h
+ 4.25 h





6.2. Computer-Programm für magnetische Analyse

```

0010 PROG PROTOKOLL
0020 'BEGIN' 'INTEGER' Z,, 'REAL' PROBE, STRAHL, TEMP,,
0030
0040 'COMMENT'
0050     ANALYSE DER MAGNETISIERUNGSKURVEN
0060     =====
0070     -
0080     VON NICKEL - BERYLLIUM
0090     =====
0100     NACH BESTRAHLUNG MIT 2,5 MEV ELEKTRONEN
0110     ===== ;
0120
0130     STRAHL.= 0,000; TEMP.= 320,, PROBE.= 510.1,,
0140
0150     'COMMENT' 0, UEBERGREIFENDER VEREINBARUNGSTEIL ,
0160
0170     Z:= 7;
0180
0190     'BEGIN' 'INTEGER' SN1, SN2, MN1, NMAX, MN2MAX,,
0200     'REAL' S, BPR, BETA,, 'INTEGER' 'ARRAY' MN2(/1,,Z/),,
0210     'ARRAY' BPR, ZEIT(/1,,Z/),,
0220
0230     SN1:=1,, SN2:=28,, S:= 25,, MN1:=1,,
0240
0250     MN2[1]:= 25; MN2[2]:= 26; MN2[3]:= 26; MN2[4]:= 28; MN2[5]:= 30;
0260     MN2[6]:= 31; MN2[7]:= 31;
0270     BPR[1]:= 3PR[2]:= 7,2; BPR[3]:= 7,1; BPR[4]:= 7,2; BPR[5]:= 7,38;
0280     BPR[6]:= 7,2; BPR[7]:= 6,73;
0290     ZEIT[1]:= 1; ZEIT[2]:= 3; ZEIT[3]:= 6; ZEIT[4]:= 15;
0300     ZEIT[5]:= 29; ZEIT[6]:= 49; ZEIT[7]:= 64,5;
0310     MN2MAX:= 31; BPR:= 1,940; BETA:= 280;
0320     NMAX:= 2*MN2MAX - 5;
0330
0340     'BEGIN' 'INTEGER' I, K, IZ,M, SYMB,, 'INTEGER' 'ARRAY' N(/1,,Z/),,
0350     'ARRAY' MAGNETO:(NMAX-1,1:NMAX), VK[1:Z,1:NMAX], MUE(-3:NMAX);
0360     'PROCEDURE' STRING(X),, 'CODE',,
0370     'PROCEDURE' FACTOR(X),, 'FORTRAN',,
0380     'PROCEDURE' PLOT(X),, 'FORTRAN',,
0390     'PROCEDURE' AXIS(X),, 'FORTRAN',,
0400     'PROCEDURE' LINE(X),, 'FORTRAN',,
0410     'PROCEDURE' SYMBOL(X),, 'FORTRAN',,
0420
0430     'PROCEDURE' SMULT' ( 1,N2) DATA,, (X,Y,DY,S) RESULT,, (A,B,C,D),,
0440
0450     'VALUE' N1:=Z,S,,
0460     'INTEGER' N1,N2,,
0470     'REAL' S,,
0480     'ARRAY' X,Y,DY, A,B,C,D,,
0490
0500

```

```

0510C 'COMMENT' SMOOTHING BY CUBIC SPLINE FUNCTION,
0520C
0530C
0540C
0550C N1,N2      NUMBER OF FIRST AND LAST DATA POINT, N2 > N1,
0560C X,Y,DYEN1:N2] ARRAYS WITH X[I], Y[I], AND DY[I] (=2) AS
0570C                ABSCISSA, ORDINATE, AND RELATIVE WEIGHT OF I-TH DATA
0580C                POINT RESPECTIVELY, I = N1 (1) N2. THE COMPONENTS OF THE
0590C                ARRAY X MUST BE STRICTLY MONOTONE.
0600C S          A POSITIVE PARAMETER WHICH CONTROLS THE EXTENT OF
0610C                SMOOTHING. THE SPLINE FUNCTION F(X) IS DETERMINED SUCH
0620C                THAT
0630C
0640C                SUM OVER I ((F(X(/I/))-Y(/I/))/DY(/I/))!2 ! S,
0650C                I = N1 (1) N2
0660C
0670C                WHERE EQUALITY HOLDS UNLESS F(X) DESCRIBES A STRAIGHT
0680C                LINE.
0690C
0700C                OUTPUT:
0710C A,B,C,DEN1:N2] ARRAYS COLLECTING THE COEFFICIENTS OF THE CUBIC SPLINE
0720C                F(X) SUCH THAT WITH
0730C
0740C                H = XX-X[I] WE HAVE F(XX) = ((D[I]*H+C[I])*H+B[I])*H
0750C                +A[I] IF X[I] < XX < X[I+1] IY I = N1,,,,, N2 - 1.
0760C                FURTHERMORE, A[N2] = F(X[N2]) AND CEN2] = 0 WHILE
0770C                DEN2] AND D[N2] ARE LEFT UNDEFINED,,
0780C
0790C 'BEGIN'
0800C 'INTEGER' I,M1,M2,, 'REAL' E,F,G,H,P,,
0810C 'ARRAY' R,R1,R2,T,T1,U,V(/N1-1,,N2+1/),,
0820C
0830C M1.=N1-1,, M2.=N2+1,,
0840C R(/M1/),=R(/N1/),=R1(/N2/),=R2(/N2/),=R2(/M2/),=T1(/N1/),=
0850C U(/M1/),=U(/N1/),=U(/N2/),=U(/M2/),=0,,
0860C
0870C M1.=N1+1,, M2.=N2-1,, H.=ABS(X(/M1/)-X(/N1/)),,
0880C F.=(Y(/M1/)-Y(/N1/))/H,,
0890C 'FOR' I.=M1 'STEP' 1 'UNTIL' M2 'DO'
0900C 'BEGIN'
0910C G.=H,, H.=ABS(X(/I+1/)-X(/I/)), E.=F,,
0920C F.=(Y(/I+1/)-Y(/I/))/H,,
0930C A(/I/),=F-E,, T(/I/),=2*(G+H)/3,, T1(/I/),=H/3,,
0940C R2(/I/),=DY(/I-1/)/G,, R1(/I/),=-DY(/I/)/G-DY(/I/)/H,,
0950C R(/I/),=DY(/I+1/)/H
0960C 'END' I,,
0970C
0980C 'FOR' I.=M1 'STEP' 1 'UNTIL' M2 'DO'
0990C 'BEGIN'
1000C R(/I/),=R(/I/)*R(/I/)+R1(/I/)*R1(/I/)+R2(/I/)*R2(/I/),,
1010C C(/I/),=R(/I/)*R1(/I+1/)+R1(/I/)*R2(/I+1/),,
1020C J(/I/),=R(/I/)*R2(/I+2/)
1030C 'END' I,,
1040C E.=P./J,,
1050C 'FOR' I.=N1 'STEP' 1 'UNTIL' N2 'DO'
1060C E.=E+(Y(/I/)/DY(/I/))!POWER!2,,
1070C
1080C 'EXITITERATION.,
1090C
1100C
1110C 'FOR' I.=M1 'STEP' 1 'UNTIL' M2 'DO'
1120C 'BEGIN'
1130C R2(/I-2/),=G*R(/I-2/),, R1(/I-1/),=F*R(/I-1/),,

```

```

1140 R(/I/).=1/(B(/I/)+P*T(/I/)-F*R1(/I-1/)-G*R2(/I-2/)),
1140 U(/I/).=A(/I/)+S1(/I-1/)*U(/I-1/)-R2(/I-2/)*U(/I-2/),
1140 F.=C(/I/)+P*T1(/I/)-H*R1(/I-1/), G.=H., H.=D(/I/)
1150 'END' 1.,
1160 'FOR' I.=N1 'STEP' 1 'UNTIL' M1 'DO'
1160 U(/I/).=P(/I/)*U(/I/)-R1(/I/)*U(/I+1/)-R2(/I/)*U(/I+2/),
1170 F.=E., E.=H., H.=U.,
1180 'FOR' I.=N1 'STEP' 1 'UNTIL' M2 'DO'
1180 'BEGIN'
1190 G.=H., H.=(U(/I+1/)-U(/I/))/ABS(X(/I+1/)-X(/I/)),
1200 V(/I/).=(H-G)*Y(/I/), E.=E+V(/I/)*V(/I/)
1210 'END' 1.,
1220 G.=V(/I+2/).=-H*DY(/N2/), E.=E+G*G.,
1230 'IF' E 'NOTGREATER' S 'OR' E 'NOTLESS' F 'THEN' 'GOTO' FIN.,
1240
1250 F.=G.,
1260 'FOR' I.=N1 'STEP' 1 'UNTIL' M2 'DO'
1260 'BEGIN'
1270 H.=T1(/I-1/)*U(/I-1/)+T(/I/)*U(/I/)+T1(/I/)*U(/I+1/),
1280 F.=F+U(/I/)*H.,
1290 H.=H-R1(/I-1/)*R(/I-1/)-R2(/I-2/)*R(/I-2/),
1300 G.=G+H*R(/I/)*H., R(/I/).=H
1310 'END' 1.,
1320 H.=S/E+!-150.,
1330 H.=(SQRT(H)+H)*(1-P*G),
1340 'IF' H 'NOTGREATER' 0 'THEN' 'GOTO' FIN.,
1350 P.=P+(E-S)/H.,
1360 'GOTO' NEXT ITERATION.,
1370
1380 FIN.,
1390
1400 'FOR' I.=N1 'STEP' 1 'UNTIL' N2 'DO'
1400 'BEGIN'
1410 A(/I/).=Y(/I/)-DY(/I/)*V(/I/), C(/I/).=P*U(/I/)
1420 'END' 1.,
1430 'FOR' I.=N1 'STEP' 1 'UNTIL' M2 'DO'
1430 'BEGIN'
1440 H.=X(/I+1/)-X(/I/),
1450 D(/I/).=(C(/I+1/)-C(/I/))/(3*H),
1460 B(/I/).=(A(/I+1/)-A(/I/))/H-(H*D(/I/)+C(/I/))*H
1470 'END' 1
1480 'END' SMOOTH.,
1490
1500 'FOR' IZ.= 1 'STEP' 1 'UNTIL' Z 'DO'
1510 'BEGIN' L(/IZ/).= 2*MN2(/IZ/) - 5., 'END'.,
1520
1530 'BEGIN' 'COMMENT' 1, BERECHNUNG DER GLEICHUNGSMATRIX
1540 1.1. GLAETTUNG DER STANDARDKURVE.,
1550
1560 'INTEGER' IS., 'REAL' LIFT, X0, Y0.,
1570 'ARRAY' SX, SY, SOY, SA, SB, SC, SD, SXN, SAN, SBN(SN1:SN2),
1580 'FOR' I1:= S1 'STEP' 1 'UNTIL' SN2 'DO'
1590 'BEGIN' READ(SX[I1]) 'END' 1.,
1600 'FOR' I1:= S1 'STEP' 1 'UNTIL' SN2 'DO'
1610 'BEGIN' READ(SY[I1]) 'END' 1.,
1620 'FOR' I1:= S1 'STEP' 1 'UNTIL' SN2 'DO'
1630 'BEGIN' SOY[I1]:= 0.2 'END'.,
1640
1650 SMOOTH(S1,SN2) DATA:(SX,SY,SOY,S) RESULT:(SA,SB,SC,SD),
1660
1670 SN1S 21:= S1(SN2):= 0.,
1680 LIFT:= S1(SN2-2), X0:= SX(SN2-2),
1690 'FOR' I1:= S1 'STEP' 1 'UNTIL' SN2 'DO'

```

```

1750 'BEGIN' SACI:= SACI - LIFT 'END',,
1760 YC:= SA[S1],,
1770 'FOR' I:= S1 'STEP' 1 'UNTIL' SN2 'DO'
1780 'BEGIN' SXN[I]:= SX[I]/XO,, SAN[I]:= SACI/YO,,
1790 SBN[I]:= SB[I]*XO/YO,, SCC[I]:= SCC[I]*XO*YO/YO,,
1800 SD[I]:= SD[I]*XO*YO/YO,,
1810 'END' NORMIERUNG DER STANDARDKURVE ,,
1820
1830 'COMMENT' 1.2. DATENAUSGABE STANDARDKURVE ,,
1840
1850 OUTPUT(6,('*,3/,10B,75S, -0,60,75,ZZ0,20,75,ZZ0,60')) ,
1860 (('NICKEL-STANDARDKURVE HP 3, GEGLAETET UND NORMIERT MIT S = 25, '),
1870 (('LIFT = '), LIFT, (('XO = '), XO, (('YO = '), YO);
1880
1890 OUTPUT(6,('3/,6B,S,5B,6S, 5B,6S, 4B,7S, 6B,6S,9B,6S, 8B,7S, 6B,7S,
1900 8B, 7S, 9B, 8S, 9B, 7S, 3B, S, //')) (('I'), ('ISX [I]')) ,
1910 (('SY [I]')) , (('SDY [I]')) , (('SA [I]')) , (('SB [I]')) , (('SXN [I]')) ,
1920 (('SAN [I]')) , (('SBN [I]')) , (('SCN [I]')) , (('SDN [I]')) , (('I')) ;
1930
1940 'FOR' I:= SN1 'STEP' 1 'UNTIL' SN2 'DO'
1950 'BEGIN' OUTPUT(6,('/,5BZD, 5BZZD,0D, 4B-ZZD,0D, 5B0,3D, 4B-ZZD,6D,
1960 4B-ZZD,6D, 5B0,6D, 5B-0,6D, 5B-ZD,6D, 5B-ZZD,6D, 5B-4ZD,6D, 5BZD')) ,
1970 I, SX[I], SY[I], SDY[I], SACI, SB[I], SXN[I], SAN[I], SBN[I], SCC[I],
1980 SD[I], I) 'END',,
1990
2000 'COMMENT' 1.3. BERECHNUNG DER MATRIXELEMENTE ,,
2010
2020 'FOR' M:= 0 'STEP' 1 'UNTIL' NMAX -1 'DO'
2030 'BEGIN' 'REAL' TM,, TM:= 293,7 + 2,2*M ,,
2040 'FOR' K:= M+1 'STEP' 1 'UNTIL' NMAX 'DO'
2050 'BEGIN' 'REAL' H, XX, MOK, FTMCK, TCK ,,
2060 TCK:= 293,7 + 2,2*K,, XX:= TM/TCK,,
2070 'FOR' IS:= SN2-2 'STEP' -1 'UNTIL' SN1 'DO'
2080 'BEGIN' H:=SXN[IS] - XX ,,
2090 'IF' H > 0.0 'THEN' 'GOTO' M1 'E ND' IS,,
2100 M1: H:= XX = SXN[IS],,
2110 MOK:= 250,3392 + 1,7088*K,,
2120 FTMCK:= ((SD/(IS/))*H+SC/(IS/))*H+ SBN/(IS/))*H + SAN/(IS/),,
2130 MAGN(M,K/), = MOK * FTMCK 'END' K,, 'END' M,,
2140 'END' GLEICHUNGSMATRIX , IHRE DIAGONALELEMENTE SIND MAGN-1,K) ,,
2150
2160
2170 'BEGIN' 'COMMENT' 4.2. SCHREIBERDARSTELLUNG
2180 4.2.1 RAHMEN FUER MESSKURVEN ,,
2190
2200 'ARRAY' TEXTXN, TEXTYM(17),,
2210 STRING(1,('MAGN,MOMENT IN A*MM*MM')) , TEXTYM),,
2220 STRING(1,('TEMPERATUR IN GRAD KELVIN')) , TEXTXM),,
2230
2240 PLOT(5,0,5,0,-3),,
2250 FACTOR(2,25),,
2260 AXIS(0,0,0,0,TEXTYM,22,8,5,90,0,0,0,5,0),,
2270 FACTOR(1,0),, PLOT(0,0, 0,0, 3),, PLOT(1,25, 0,0, 2),,
2280 FACTOR(2,0.83),, -AXIS(0,60, 0,0, TEXTXM, -25, 12,84, 0,0,
2290 287,5, 12,5); FACTOR(1,0);
2300 PLOT(0,0,19,125,3),, PLOT(28,0, 19,125, 2),, PLOT(28,0,0,0,2);
2310 PLOT(0,0,0,0,3),,
2320 'END' RAHMEN FUER MESSKURVEN ,,
2330
2340 'FOR' IZ:=1 'STEP' 1 'UNTIL' Z 'DO'
2350
2360 'BEGIN' 'COMMENT' 2. RECHTE SEITE DES GLEICHUNGSSYSTEMS

```

2.1. GLAETZUNG DER MESSKURVE ..

```
'REAL' MS, TK, TC, DELS, SDIFF, QDIFF,,
'ARFAY' MX, MY, MDY, MA, MB, MC, MD[MN1:MN2[IZ]],
      EMY, DIFF[MN1:MN2[IZ]],
      DELL, DELDY, DA, DB, DC, DD[MN1:MN2[IZ]-1],
      MMC-3*NC[IZ]] ..
```

```
      MS:= MN2[IZ],,
'FOR' I:= MN1 'STEP' 1 'UNTIL' MN2[IZ] 'DO'
  'BEGIN' MX(/I/) := 128 + 2*I .. 'END' ..
'FOR' I:= MN1 'STEP' 1 'UNTIL' MN2[IZ] 'DO'
  'BEGIN' READ(EMY[I]) 'END',,
  'FOR' I:= MN1 'STEP' 1 'UNTIL' MN2[IZ]-1 'DO'
  'BEGIN' DELL[I]:= EMY[I] - EMY[I+1],,
    DELDY[I]:= 0.4 'END',,
  DELDY[MN2[IZ]-1]:= 0.001,, DELDY[MN2[IZ]-2]:= 0.010,,
  DELDY[MN2[IZ]-3]:= 0.025,, DELDY[MN2[IZ]-4]:= 0.100,,
  DELS:= 2*MN2[IZ],,      M3; DELS:= 0.5*DELS,,
```

SADDOH(MN1,MN2[IZ]-1) DATA:(MX,DELL,DELDY,DELS) RESULT:(DA,DB,DC,DD);

```
MY[MN2[IZ]]:= 0.0,, DIFF[MN2[IZ]]:= EMY[MN2[IZ]]- MY[MN2[IZ]],,
'FOR' I:= MN2[IZ]-1 'STEP' -1 'UNTIL' MN1 'DO'
  'BEGIN' MYC[I]:= MYC[I+1] + DAC[I],,
    DIFFC[I]:= EMYC[I] - MYC[I] 'END' ..,
  QDIFF:= 0.0,, SDIFF:= 0.0,,
'FOR' I:= MN1 'STEP' 1 'UNTIL' MN2[IZ] 'DO'
  'BEGIN' SDIFF := SDIFF + DIFFC[I],,
    QDIFF:= QDIFF + (DIFFC[I])*(DIFFC[I]) 'END',,
  'IF' ABS(SDIFF) 'GREATER' 10.0 'THEN' 'GOTO' M3,,
```

```
'FOR' I:= MN1 'STEP' 1 'UNTIL' MN2[IZ] - 4 'DO'
  'BEGIN' MDYC[I]:= 0.2 'END',,
  MDY[MN2[IZ]-3]:= 0.1,, MDY[MN2[IZ]-2]:= 0.01 ..,
  MDY(/MN2(/IZ/)-1/) := 0.01 .. MDY(/MN2(/IZ/)) := 0.01 ..
```

SADDOH(MN1,MN2[IZ]) DATA:(MX,MY,MDY,MS) RESULT:(MA,MB,MC,MD);

2.2. DATENAUSGABE MESSKURVE ..

```
OUTPUT(6,('(*,/,15B, 43S, DDD,0, 6S, ZD,DD, 22S,0,30,13S,ZZD,13S')),
('REGLAETZTE MAGNETISIERUNGSKURVE VON PROBE', PROBE,(' NACH '),
      ZEIT(/IZ/), (' STD, BESTRAHLUNG MIT '), STRAHL,
      (' MA/CN2 BEI '), TEMP, (' GRAD CELSIUS')) ..,
OUTPUT(6,('13/,4B,5,3B,6S,4B,7S, 4B,8S, 5B,6S, 4B,8S, 5B,6S, 5B,7S,7B,
6S, 19B, 6S, 10B, 6S, 10B, 6S, 8B, S, /I/'), ('I'), ('MX [I]'),
('EMY [I]'), ('DELL [I]'), ('DA [I]'), ('DIFF [I]'),
('MY [I]'), ('DY [I]'), ('MA [I]'), ('MB [I]'), ('MC [I]'),
('MD [I]'), ('I') ..),
'FOR' I:= MN1 'STEP' 1 'UNTIL' MN2[IZ]-1 'DO'
  'BEGIN' OUTPUT(6,('1/,3BZD, 5BZZD, 5BZZD,3D, 5BZZD,3D, 5BZZD,3D, 5B-ZD,3D,
5B-D,3D, 5B-ZZD,3D, 5B-D,3D, 5B-ZZD,6D, 5B-ZZD,6D, 5B-ZZD,6D, 5B-ZZD,6D,
5BZZD'), ('MXC[I], EMYC[I], DELLC[I], DAC[I], DIFFC[I], MYC[I], MDYC[I],
ACI], ECI], MCII], MDII], I) 'END',,
OUTPUT(6,('1/,3BZD, 5BZZD, 5BZZD,3D, 26B-D,3D, 5B-ZZD,3D, 5BD,3D,
5B-ZZD,6D, 21B-ZZD,6D, 21BZZD'), MN2[IZ], MX[MN2[IZ]], EMY[MN2[IZ]],
DIFFC[2:IZ], MYC[MN2[IZ]], MDY[MN2[IZ]], MAC[MN2[IZ]], MC[MN2[IZ]],
MN2[IZ]),
```

```
OUTPUT(6,('13/,5,6S,ZZD,3D, 5B,8S,-ZZD,0DD, 5B,7S,ZD,DD')),
('QDIFF = '), QDIFF, ('SDIFF = '), SDIFF, ('DELS = '), DELS);
```

COMMENT 2.3. BERECHNUNG DER KOEFFIZIENTEN DER RECHTEN SEITE ;

```

FOR I:= MN1 'STEP' 1 'UNTIL' MN2[IZ] 'DO'
  'BEGIN' M:= 2*I - 5,, MM[M] := MAC[I] 'END' ,,
  'FOR' I:= MN1 'STEP' 1 'UNTIL' MN2[IZ] - 1 'DO'
    'BEGIN' 'REAL' H,, H:= 1.0,, M:= 2*I - 4,,
    MM[M] := ((MC[I]*H + MC[I])*H + MB[I])*H + MAC[I] 'END' ,,
  'FOR' M:= -3 'STEP' 1 'UNTIL' NC[IZ] 'DO'
    'BEGIN' 'REAL' ME[M]:= 110.334*MPR*MM[M]/(BETA*BPR[IZ]) 'END' ,,

```

'BEGIN' COMMENT 4.2.2 DARSTELLUNG DER MESSKURVEN ..

```

'REAL' Y,, 'ARRAY' PMX, PEMY[MN1,MN2[IZ]+2],PMX,PMUE[-3;NC[IZ]+2];
'FOR' I:= MN1 'STEP' 1 'UNTIL' MN2[IZ] 'DO' 'BEGIN'
  PMX[I]:= (128 + 2*I)*2.2 + 1.1,,
  PEMY[I]:= 110.334*MPR*PEMY[I]/(BETA*BPR[IZ]) 'END' I,,
  PMX[MN2[IZ]+1]:= 280.0,, PEMY[MN2[IZ]+2]:= 12.0,,
  PEMY[MN2[IZ]+1]:= 0.0,, PEMY[MN2[IZ]+2]:= 4.444,,
  SYMB:= IZ,, Y:= 7.5 - 0.5*IZ,,
  FACTOR(2.0),, LINE(PMX, PEMY, MN2[IZ] , 1, -1, SYMB),,
  SYMBOL(11.5, Y, 0.10, IZ, 0.0, -1),, FACTOR(1.0),,
  'FOR' M:= -3 'STEP' 1 'UNTIL' NC[IZ] 'DO' 'BEGIN'
    PMX[M]:= 293.7 + 2.2*M,, PMUE[M]:= MUE[M] 'END' M,,
    PMX[M+1]:= 280.0,, PMX[M+2]:= 6.0,,
    PMUE[M+1]:= 0.0,, PMUE[M+2]:= 2.222,,
  LINE(PMX, PMUE, NC[IZ]+4, 1, 0, 1) 'END' ,,

```

COMMENT 3. LOESUNG DES GLEICHUNGSSYSTEMS ..

```

VK[IZ,NC[IZ]] := MUE[NC[IZ]-1]/MAGN[NC[IZ]-1,NC[IZ]],,
'IF' VK[IZ,NC[IZ]] 'LESS' 0.0 'THEN' VK[IZ,NC[IZ]] := 0.0,,
'FOR' M:= NC[IZ]-2 'STEP' -1 'UNTIL' 0 'DO'
  'BEGIN' 'REAL' SAV,, SAV:= 0.0,,
  'FOR' K:= NC[IZ] 'STEP' -1 'UNTIL' M+2 'DO'
    'BEGIN' SAV:= SAV + MAGN[M,K]*VK[IZ,K] 'END' K,,
  VK[IZ,M+1] := (MUE[M] - SAV)/MAGN[M,M+1],,
  'IF' VK[IZ,M+1] 'LESS' 0.0 'THEN' VK[IZ,M+1]:= 0.0 'END' M,,
'END' IZ,,

```

'FOR' IZ:= 1 'STEP' 1 'UNTIL' Z 'DO'

'BEGIN' COMMENT 4. AUSGABE DER ERGEBNISSE

4.1. DRUCKERPROTOKOLL..

```

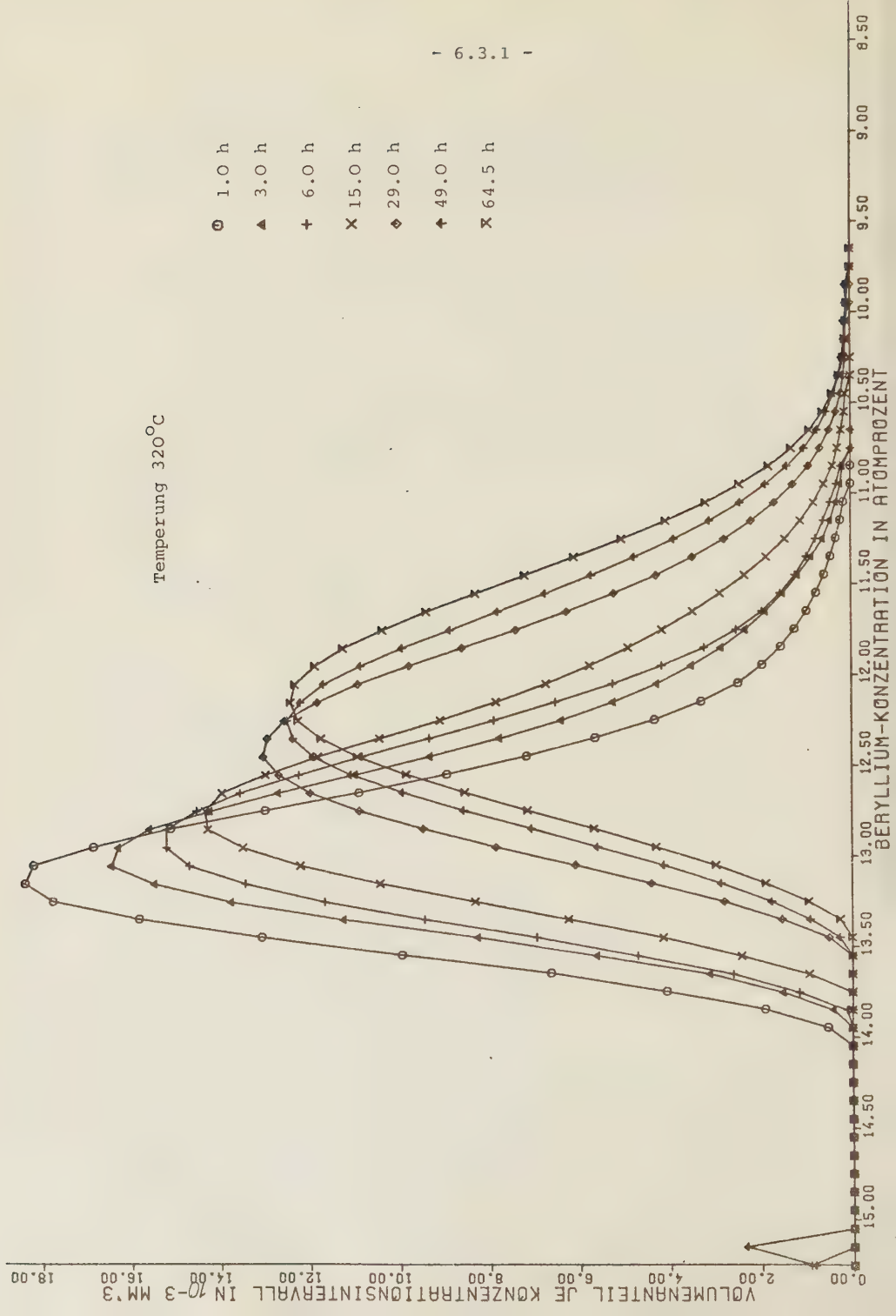
'REAL' TC, CM, NBEVK, SVHAGN, SNBEM,,
OUTPUT(6,('13B, 6S, DDD.D, 28S')),'('PROBE')',PROBE,
(' : KONZENTRATIONSVERTeilUNG')),,
OUTPUT(6,('1, 7B, 5S, ZD.DD, 22S, D,3D, 13S, ZZO, 13S')),,
('MACH')),'('ZEIT(/IZ/))',('STU, BESTRAHLUNG MIT')),'STRAHL,
('A/CM/2 BE')),'TEMP, ('GRAD CELSIUS')),,
OUTPUT(6,('1, 5B, 6S, 3B, 8S, 2B, 10S, 2B, 11S, 2B, 13S, 3B, 8S')),,
('NUMBER')),'('BE-KONZ.))',('CURIEPUNKT')),'('MAGN.MOMENT'))',
('VOLUME FRACTION')),'('BE-ATOME')),,
OUTPUT(6,('1, 26B, 6S, 7B, 6S, 5B, 11S, /')),'('KELVIN'))',
('A*10^2')),'('A*0.001 MN/3')),,
'FOR' I:= -3 'STEP' 1 'UNTIL' 0 'DO'
  'BEGIN' TC:= 293.7 + 2.2*M,,
  OUTPUT(6,('1, 6B-ZZO, 16BZZD,0, 6B-ZD,3D'))', M, TC, MUE[M]) 'END' ,,
  SVHAGN:= SNBEM := 0.0,,
  'FOR' M:= 1 'STEP' 1 'UNTIL' NC[IZ] 'DO'

```

```

3610 'BEGIN' CM:= 15.35 - 0.1*M,, TC:= 293.7 + 2.2*M,,
3620 VK[17,M]:= 1000*VK[17,M],, NBEVK:= VK[17,M]*CM,,
3630 SVMAG:= SVMAG+ VK[17,M],, SNBEM:= SNBEM + NBEVK,,
3640S OUTPUT(6,('/// 6B-ZZD, 5BZD,DU, 6BZZD,D, 6B-ZD,3D, 7B-ZD,3D,
3650S 7B-ZZD,3D')),, C*, TC, NBEVK, VK[17,M], NBEVK) 'END',,
3660 OUTPUT(6,('/// 6B, 5S, 40B, ZZD,3D, 7BZZD,3D')),, ('SUMME'),,
3670 SVMAG, SNBEM),,
3680 'END' IZ,,
3690
3700 'BEGIN' 'COMMENT' 4.2.3 RAHMEN FUER VERTEILUNGSKURVEN ,,
3710
3720 'ARRAY' TEXTXV, TEXTYV[1:14] ,,
3730 STRING(1,('BERYLLIUM-KONZENTRATION IN ATOMPROZENT')), TEXTXV),,
3740 STRING(1,('VOLUMENANTEIL JE KONZENTRATIONSINTERVALL IN -3 MM^3')),
3750 TEXTYV),,
3760
3770 PLT(35.0,-2.0,-3),, FACTOR( 2.0),,
3780 AXIS(0.5, 0.0, TEXTXV, -38, 13.5, 0.0, 15.00, -0.50),,
3790 AXIS(0.0, 0.0, TEXTYV, 52, 9.5, 90.0, 0.00, 2.00),, FACTOR(1.0),,
3800 PLT(0.0, 19.0, 3),, PLOT(28.0, 19.0, 2),, PLOT(28.0, 0.0, 2),,
3810 PLOT(1.0, 0.0, 3),, PLOT(0.0, 0.0, 2),, PLOT(0.0, 0.0, 3); 'END';
3820
3830 'FOR' IZ:= 1 'STEP' 1 'UNTIL' Z 'DO' 'BEGIN'
3840
3850 'COMMENT' 4.2.4 DARSTELLUNG DER VERTEILUNGSKURVEN ,,
3860
3870 'REAL' Y,, 'ARRAY' PC, PV[1:N[IZ]+2] ,,
3880 'FOR' K:= 1 'STEP' 1 'UNTIL' N[IZ] 'DO' 'BEGIN'
3890 PC[K]:= 15.35 - 0.1*K,, PVE[K]:= VK[IZ,K],, 'END' K,,
3900 PC[N[IZ]+1]:= 15.25,, PC[N[IZ]+2]:= -0.50,,
3910 PVE[N[IZ]+1]:= 0.0,, PVE[N[IZ]+2]:= 2.0,,
3920 SYB:= IZ,, Y:= 7.5 - 0.5*IZ,,
3930 FACTOR(2.0),, LINE(PC, PV, N[IZ], 1, 1, SYMB),,
3940 SYMBOL(11.5, Y, 0.10, IZ, 0.0, -1),, FACTOR(1.0),,
3950 PLOT(30.0, 0.0, 3),, 'END',,
3960
3970 'FOR' IZ:= 1 'STEP' 1 'UNTIL' Z 'DO' 'BEGIN'
3980
3990 'COMMENT' 4.3. LOCHKARTENSTANZEN ,,
4000
4010
4020 'FOR' K:= 1 'STEP' 1 'UNTIL' N[IZ] 'DO' 'BEGIN'
4030 VK[IZ,K] := 0.001*VK[IZ,K] ,, OUTPUT(4,('ZD,6D, S'),VK[IZ,K],
4040 ('(',')'),, 'END' K,, OUTPUT(4,('///')),,
4050 'END' IZ,,
4060
4070 'END' ,, 'END' ,, 'END' ,,
4080
4090 E PROTOKOLL

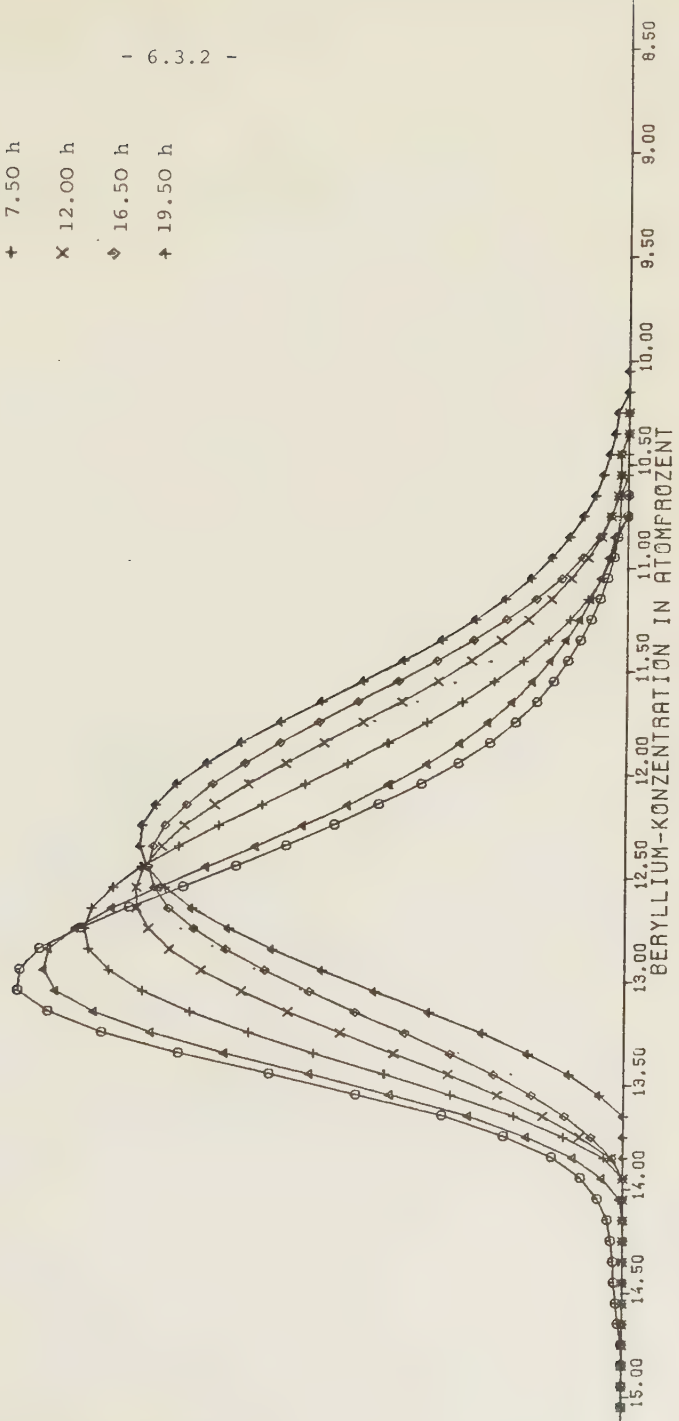
```

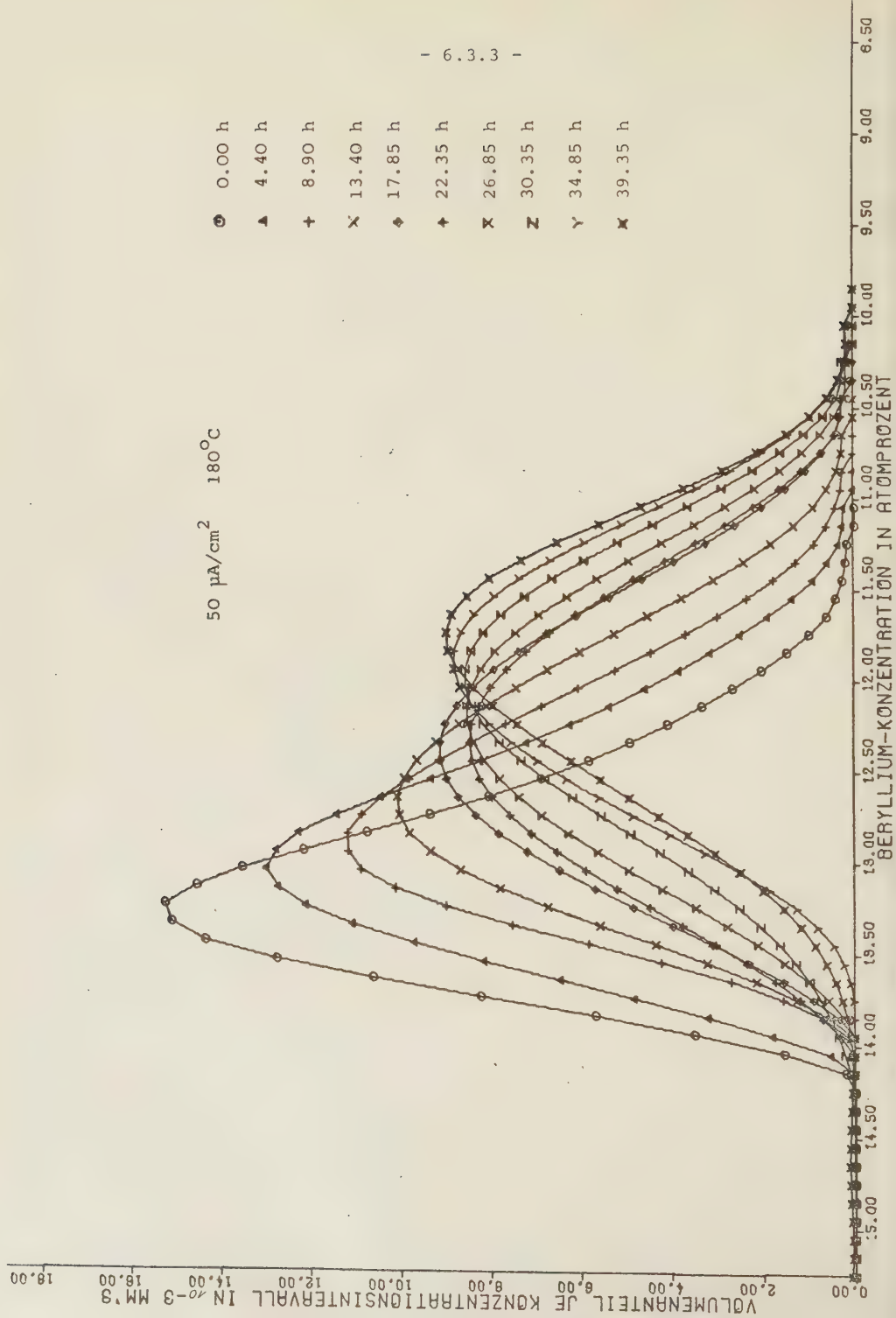


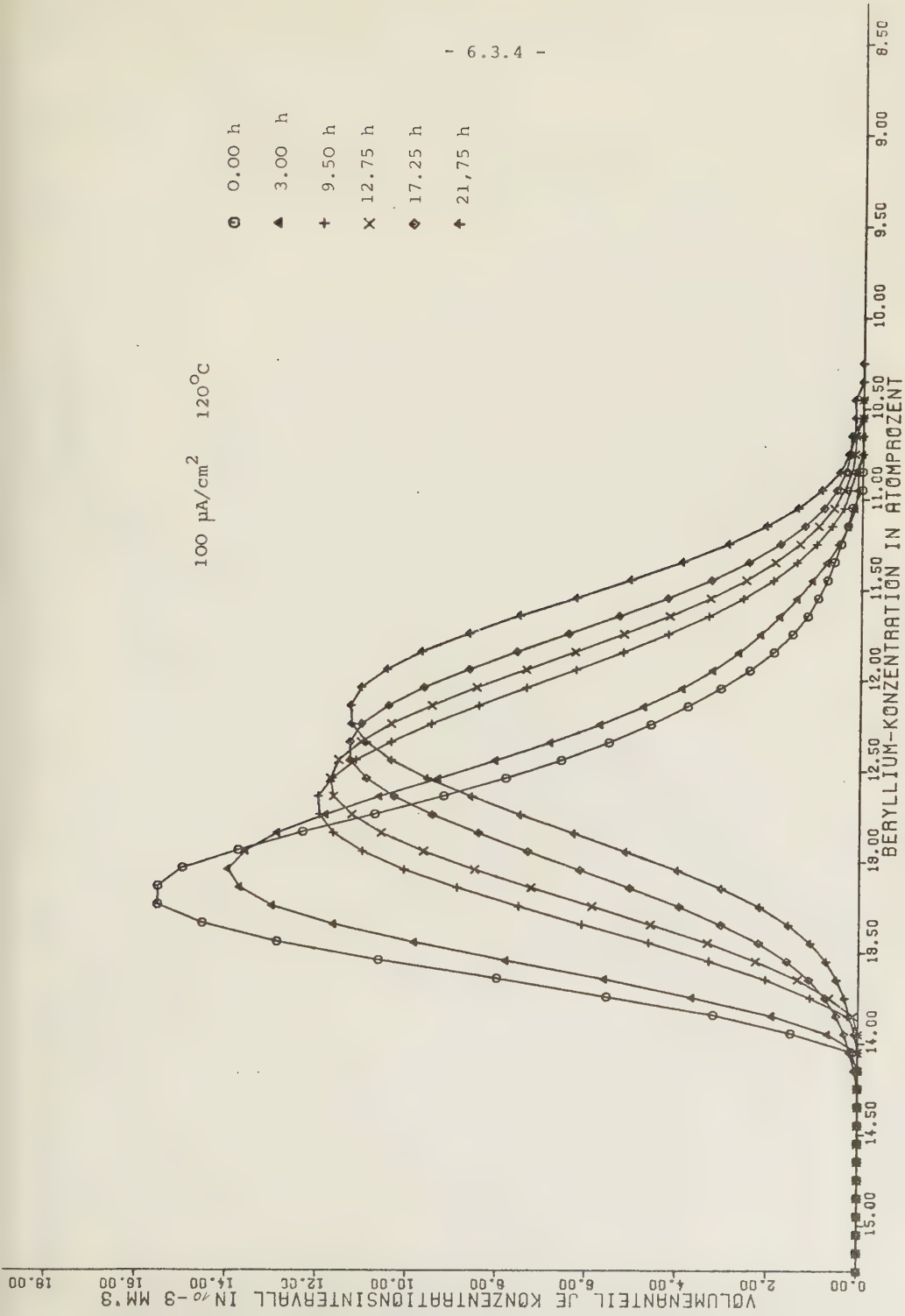
VOLUMENANTEIL JE KONZENTRATIONSGRADE IN 10^{-3} MM³

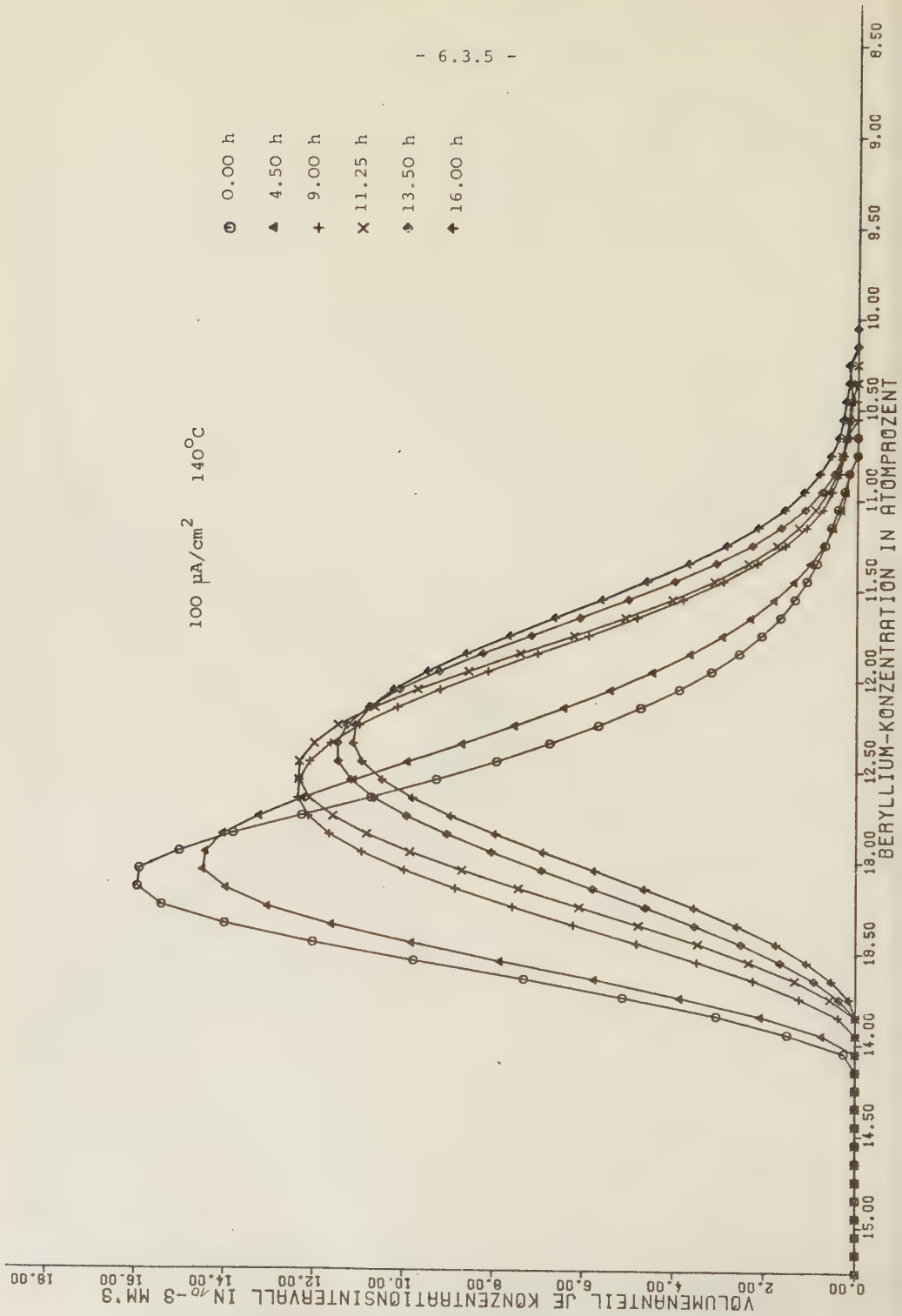
50 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ 140°C

- 0.00 h
- ▲ 3.42 h
- + 7.50 h
- × 12.00 h
- ◆ 16.50 h
- ✦ 19.50 h



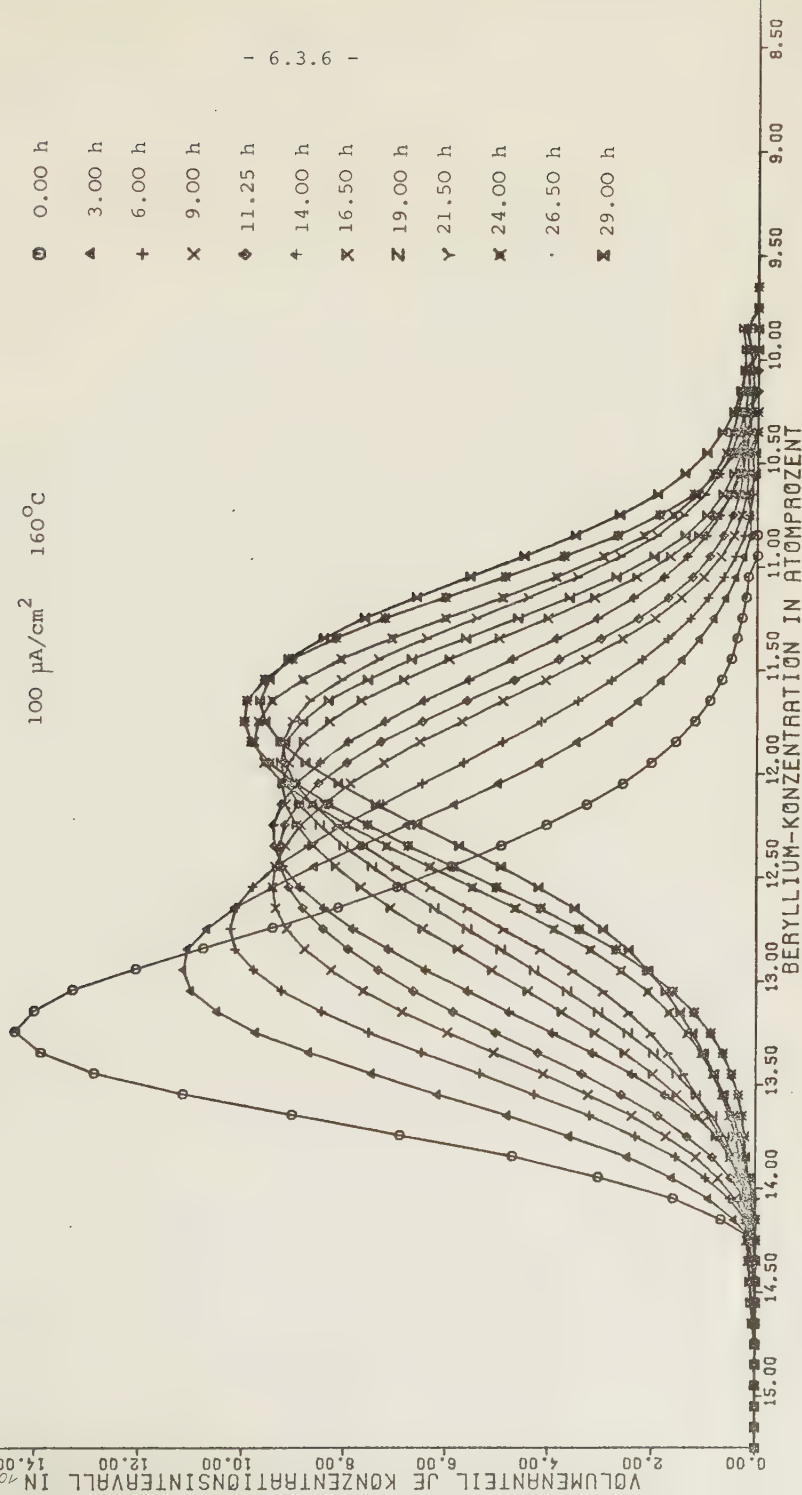


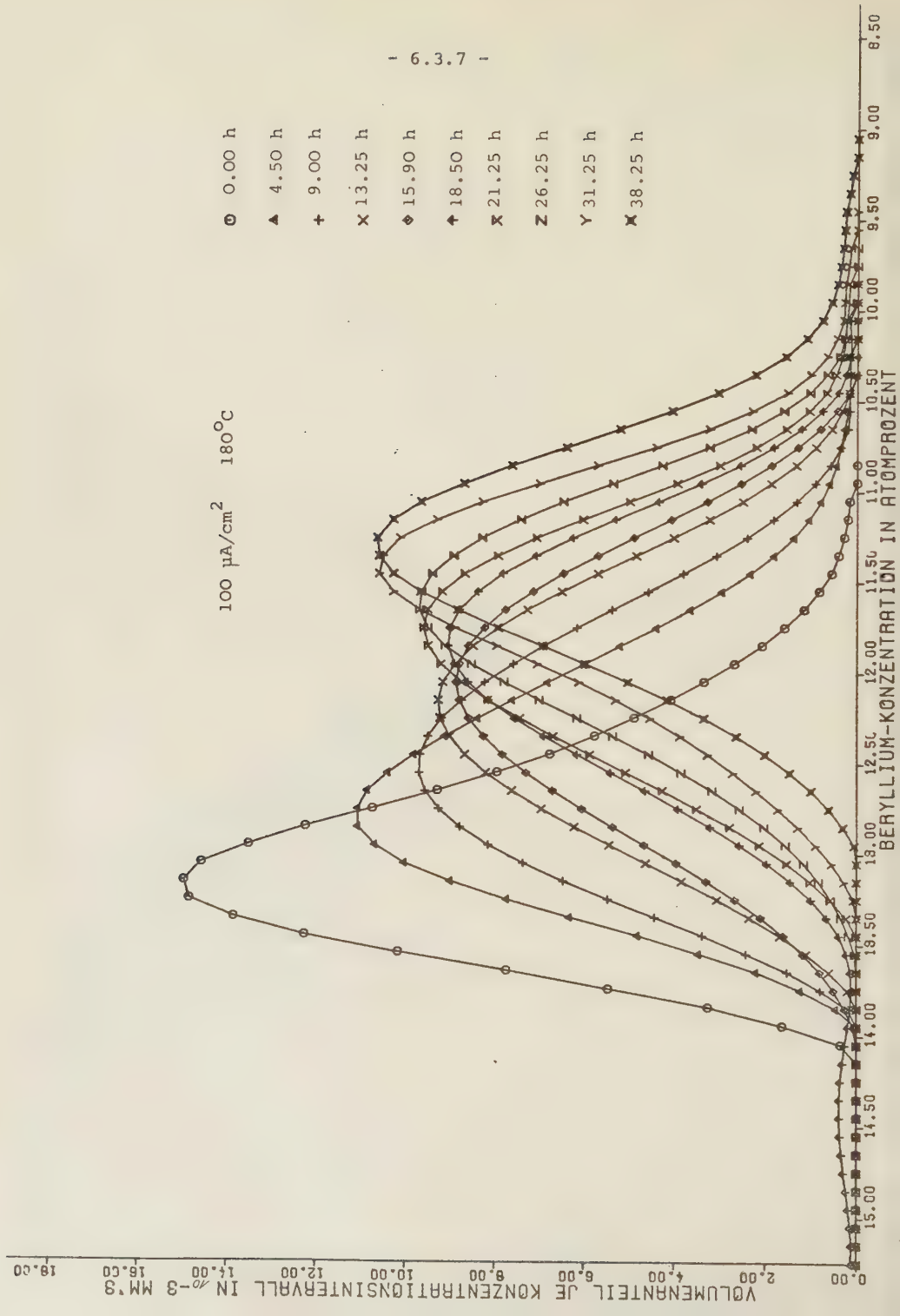




- 0.00 h
- ▲ 3.00 h
- + 6.00 h
- × 9.00 h
- ◆ 11.25 h
- + 14.00 h
- × 16.50 h
- z 19.00 h
- γ 21.50 h
- × 24.00 h
- 26.50 h
- × 29.00 h

100 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ 160°C

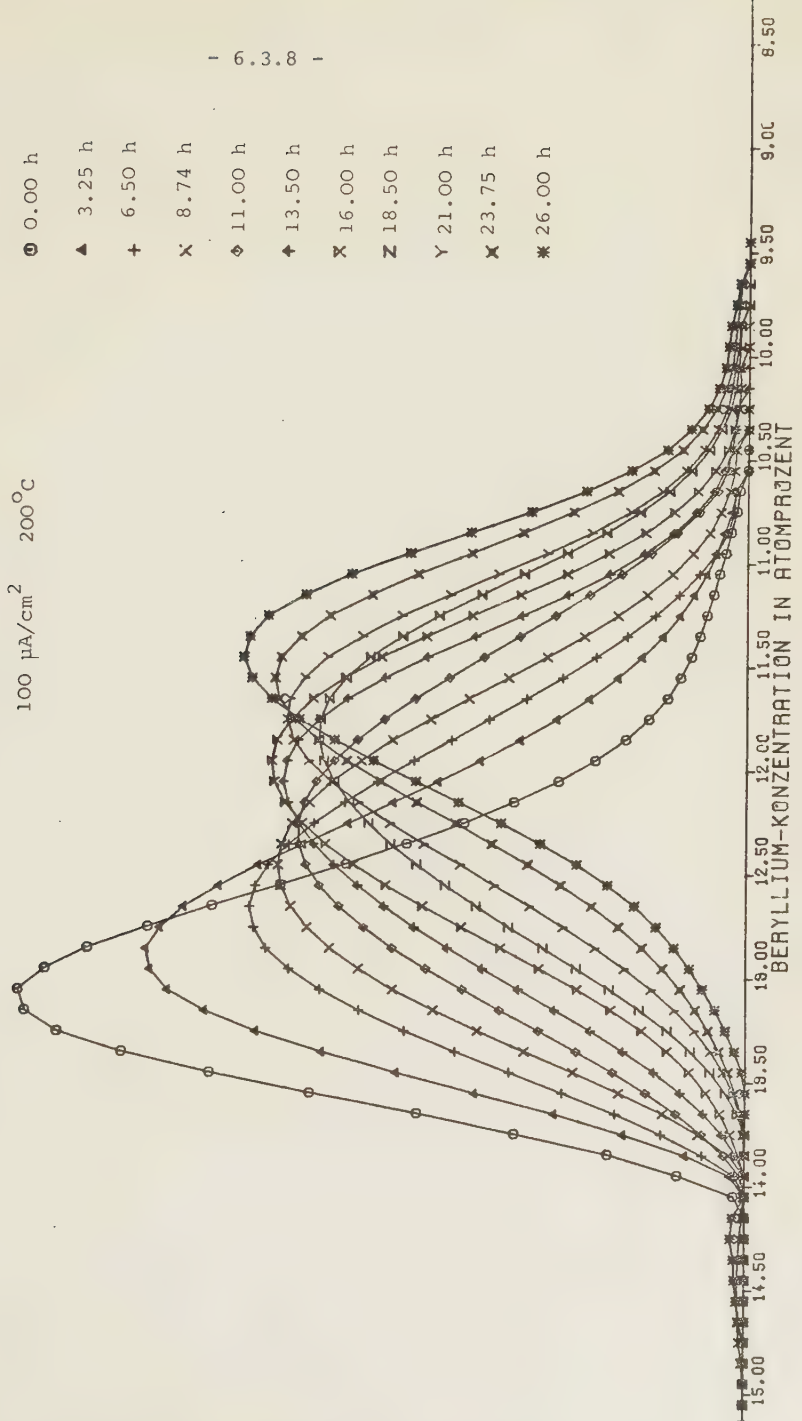


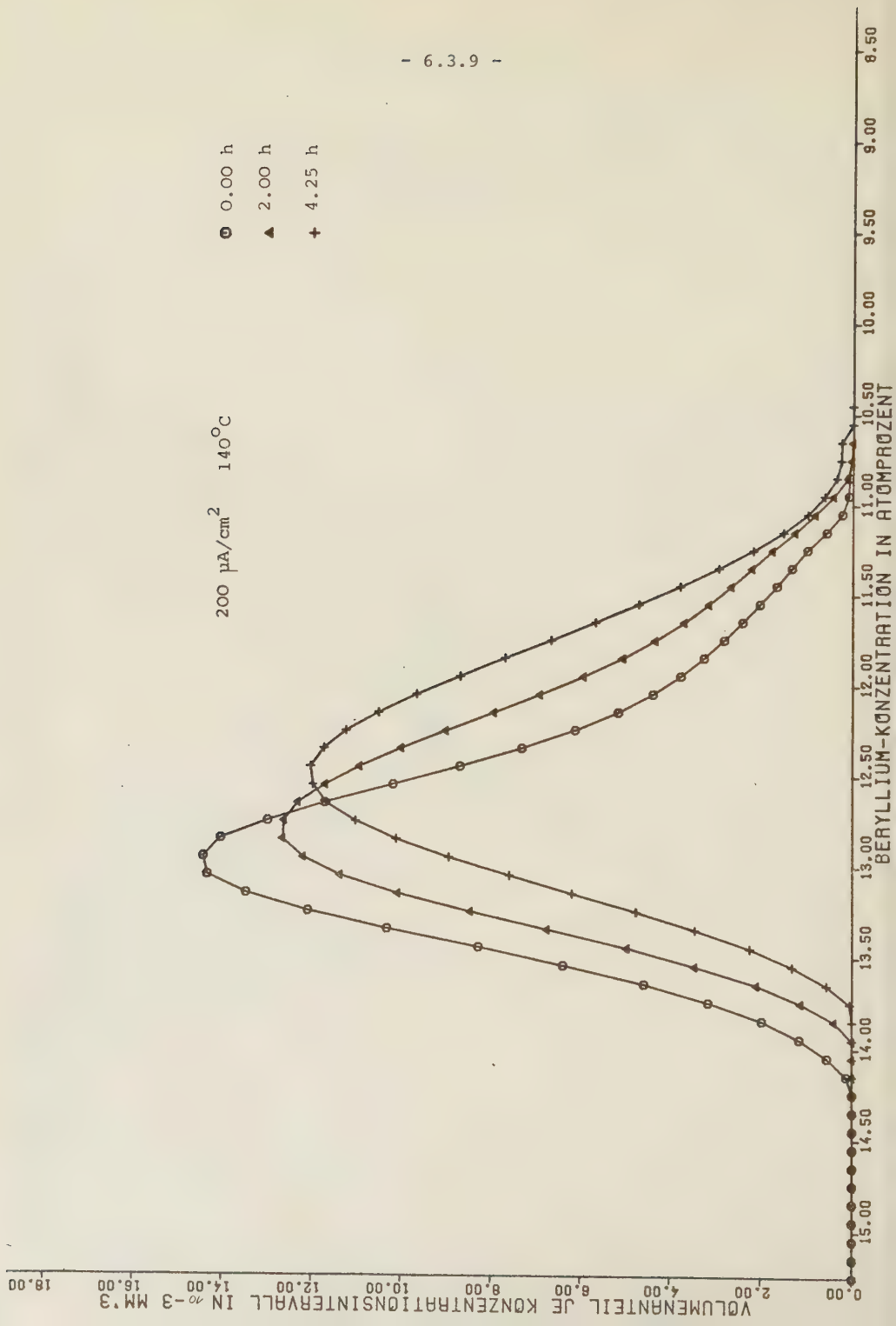


VOLUMENANTEIL JE KONZENTRATIONINTERVALL IN 10⁻³-MM³ 18.00 16.00 14.00 12.00 10.00 8.00 6.00 4.00 2.00 0.00

100 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ 200°C

- 0.00 h
- ▲ 3.25 h
- + 6.50 h
- × 8.74 h
- ◇ 11.00 h
- ↑ 13.50 h
- × 16.00 h
- Z 18.50 h
- Y 21.00 h
- × 23.75 h
- * 26.00 h

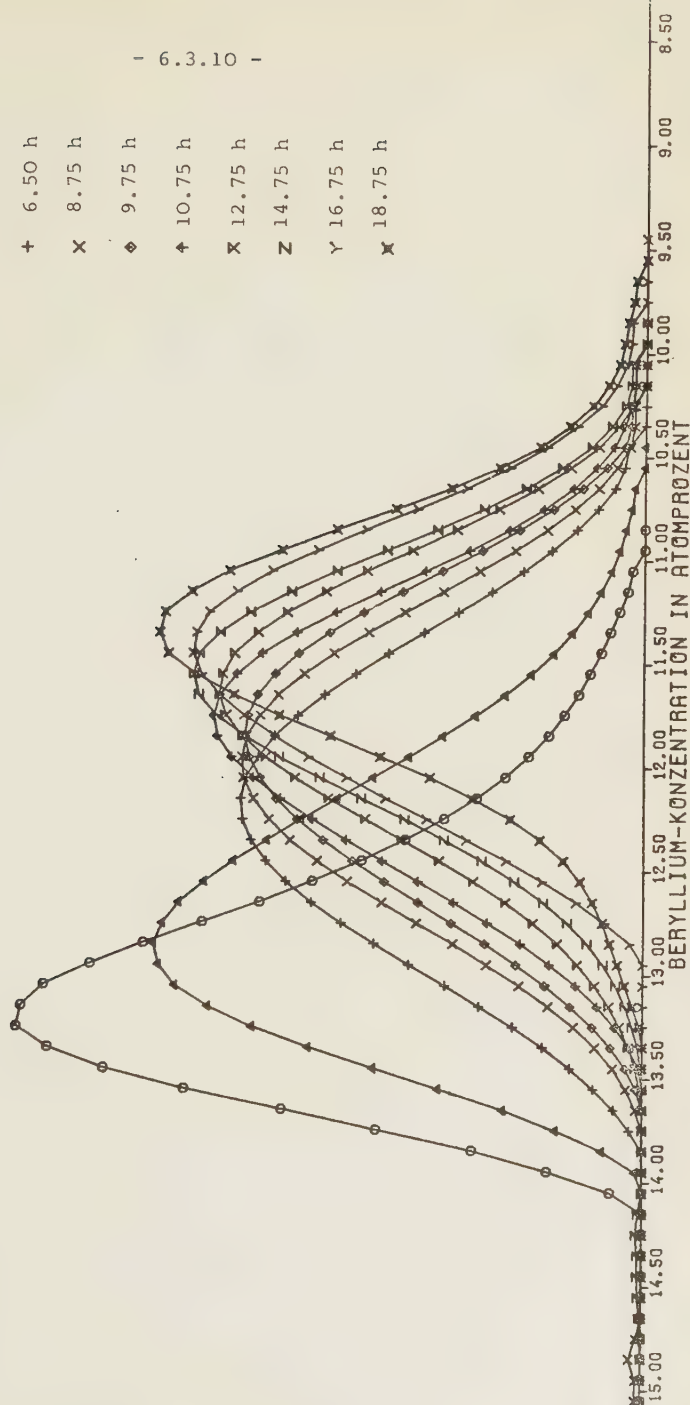




VOLUMENANTEIL JE KONZENTRATIONINTERVALL IN 10^{-3} MM³

200 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ 180°C

○ 0.00 h
 ▲ 2.00 h
 + 6.50 h
 × 8.75 h
 ◆ 9.75 h
 † 10.75 h
 ✕ 12.75 h
 Z 14.75 h
 γ 16.75 h
 ✕ 18.75 h



LITERATURVERZEICHNIS

- /1/ J. Frenkel, Z. Physik 35 (1926) 652
- /2/ C. Wagner u. W. Schottky, Z. physik.Chem.B 11 (1930) 163
- /3/ W. Jost, J.chem.Phys. 1 (1933) 466
- /4/ H.B. Huntington u. F. Seitz, Phys.Rev. 61 (1942) 315
- /5/ H.B. Huntington, Phys.Rev. 61 (1942) 325
- /6/ R.O. Simmons u. R.W. Balluffi, Phys.Rev.129 (1963) 1533
- /7/ G.J. Dienes u. G.H. Vineyard, Radiation Effects in Solids, New York 1957, S. 137 ff.
- /8/ H. Biswanger, Diplomarbeit Universität München, März 1968
- /9/ W. Hume-Rothery u. G.V. Raynor, The Structure of Metals and Alloys, London 1954
- /10/ M. Hansen, Constitution of Binary Alloys, New York 1958
- /11/ R.H. Kernohan, D.S. Billington u.A.B. Lewis, J. Appl. Phys. 27 (1956) 40
- /12/ G. Masing u. O. Dahl, Wiss. Veröffentl. Siemens-Konzern 8 (1929) 211
- /13/ G. Baumgärtner u. R. Sizmann, Z. angew.Phys. 20 (1965) 21
- /14/ A. Keller, Diplomarbeit Technische Hochschule München, März 1966
- /15/ Werkstoffwerte der Internat. Nickel Deutschland GmbH
- /16/ H. Böhm, Einführung in die Metallkunde, Mannheim 1968
- /17/ W. Gerlach, Z. Metallkunde 29 (1937) 124
- /18/ E. Kneller, Ferromagnetismus, Berlin 1962
- /19/ K. Hoselitz, Ferromagnetic Properties of Metals and Alloys, Oxford 1952
- /20/ P. Weiss u. R. Forrer, Ann.Phys. (Paris) 5 (1926) 153
- /21/ W. Sucksmith, C.A. Clark, D.J. Oliver u. J.E. Thomson, Rev. Mod. Phys. 25 (1953) 34
- /22/ K.H. Blankenburg u. J. Schermer, Neues von Rhode u. Schwarz 45 (1970) 11
- /23/ P.G. Lucasson u. R.M. Walker, Phys.Rev. 127 (1962) 485
- /24/ P.G. Lucasson u. A. Lucasson, J.Phys. (franz.) 24 (1963) 503
- /25/ W.A. McKinley u. H. Feshbach, Phys.Rev. 74 (1948) 1749
- /26/ F. Seitz u. J.S. Koehler, Solid State Phys. 2 (1956) 305
- /27/ G. Leibfried, Bestrahlungseffekte in Festkörpern, Stuttgart 1965

- /28/ W. Heitler, The Quantum Theory of Radiation,
Oxford 1954, S 363 ff
- /29/ L. Katz u. N. Penfold, Rev. Mod. Phys. 24 (1952) 28
- /30/ C. Reinsch, Numerische Mathematik 10 (1967) 177
- /31/ G.V. Grigor'yev u. L.V. Pavlinov, Fiz.Metal. Metalloved
25 (1968) 836
- /32/ S.J. Rothman, Nghi Q. Lam, R. Sizmann u. H. Bißwanger,
wird demnächst veröffentlicht in Radiation Effects
- /33/ A.J.E. Foreman, Radiation Effects 14 (1972) 175
- /34/ H.S. Carslaw u. J.C. Jaeger, Conduction of Heat in Solids,
Oxford 1959
- /35/ R. Sizmann u. A. Franck, Chemiker-Ztg./Chem. Apparatur
87 (1963) 347
- /36/ F. Bell, Acta Met. 13 (1965) 363
- /37/ Proceedings of the Internat. Conf. on Vacancies and In-
terstitials in Metals, Jülich 1968, ed. A. Seeger et al.
- /38/ P. Simson u. R. Sizmann, Z. Naturforschung 17a (1962) 596

All denjenigen, die Anteil am Zustandekommen der vorliegenden Arbeit hatten, möchte ich an dieser Stelle meinen Dank aussprechen.

Insbesondere danke ich Herrn Prof. Dr. R. Sizmann für die Anregung und begleitende Betreuung der Arbeit sowie für zahlreiche richtungsweisende Diskussionen. Sein starkes Interesse an der behandelten Materie war dem Fortgang der Untersuchungen sehr förderlich.

Ein grosszügiges Entgegenkommen der Fa. Bayer, Leverkusen, sicherte die Durchführung der Arbeit in der Anfangsphase finanziell ab.

Die physikalisch-technische Abteilung der Gesellschaft für Strahlen- und Umweltforschung in Neuherberg bei München ermöglichte die Abwicklung der umfangreichen Bestrahlungsexperimente.

Die zahlreichen Computer-Rechnungen konnten am Leibniz-Rechenzentrum München der Bayerischen Akademie der Wissenschaften durchgeführt werden.

L e b e n s l a u f

Name	Hermann Bißwanger
Geboren	17. März 1941 in Augsburg
Eltern	Joseph Bißwanger - Konstrukteur - und Regina, geb. Freundl
Grundschule	Sept. 1947 bis Juli 1952 Hans-Adlhoch-Schule in Augsburg
Höhere Schule	Sept. 1952 bis Juni 1961 Holbein-Oberrealschule in Augsburg, Abschluss mit der Reifeprüfung im Juni 1961
Studium	Physik an der Ludwig-Maximilians-Universität München vom WS 1961/62 bis zum WS 1967/68, Abschluss mit der Diplomprüfung am 21.6.68
Wiss.Arbeit	seit Sept. 1968 bei Prof. Dr. R. Sizmann
Familie	Eheschliessung am 16. Juli 1968 mit Frl. Jutta Langer Geburt der Tochter Claudia am 10.7.1969 und des Sohnes Ulrich am 29.1.72

